



TESIS - SF 142502

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KERAMIK ZIRKON DENGAN PENAMBAHAN *SINTERING AGENT*

Gabriela Elsandika
NRP 0111650010008

Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS ILMU ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018



THESIS SF - 142502

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ZIRCON CERAMICS WITH SINTERING AGENT ADDITION

Gabriela Elsandika
NRP 011116500100008

ADVISER
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

MAGISTER PROGRAM
STUDY ON MATERIAL PHYSICS
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE
INSTITUT OF TECHNOLOGY SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh:
Gabriela Elsandika
NRP. 01111650010008

Tanggal Ujian : 4 Juli 2018
Periode Wisuda : September 2018

Disetujui oleh:


1. Prof. Suminar Pratapa, Ph. D.
NIP. 19660224 199002 1 001

(Pembimbing)


2. Prof. Dr. Suasgoro
NIP. 19550210 198010 1 001

(Penguji)


3. Dr. Mashuri, M.Si.
NIP. 19691216 199402 1 001

(Penguji)

Dekan Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember


Prof. Dr. rer. nat. Agus Rubivanto, M.Eng., Sc.
NIP. 19650619 198903 1 001

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KERAMIK ZIRKON DENGAN PENAMBAHAN *SINTERING AGENT*

Nama Mahasiswa : Gabriela Elsandika
NRP : 01111650010008
Dosen Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph. D.

ABSTRAK

Sintesis keramik padat ZrSiO_4 menggunakan bahan dasar serbuk zirkon hasil ekstraksi dari pasir alam yang berasal dari Kereng Pangi Kalimantan Tengah telah selesai dilakukan. Keramik zirkon disintesis dengan dan tanpa penambahan *sintering agent* berupa B_2O_3 (ZB), V_2O_5 (ZV), dan Bi_2O_3 (ZBi) sebesar 3,6, dan 9 wt.%. Sintesis dilakukan pada temperatur 1100, 1200, 1300 °C dengan waktu penahanan selama lima jam.

Karakterisasi fasa dilakukan dengan XRD, kemudian dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Identifikasi fasa menunjukkan fasa tunggal zirkon untuk keramik Z0, ZB, ZV di semua temperatur. Sedangkan identifikasi fasa untuk keramik ZBi menunjukkan fasa tunggal pada temperatur 1100 dan 1200 °C. Selain itu, teridentifikasi fasa zirkon dan zirkonia tetragonal pada temperatur 1300 °C.

Nilai densitas keramik diuji dengan densimeter elektronik. Sedangkan nilai kekerasan keramik diukur dengan *microhardness* Vickers. Dari hasil tersebut dapat ditentukan bahwa B_2O_3 merupakan *sintering agent* yang paling efektif untuk menghasilkan keramik zirkon dengan densitas relatif 90,97% dan kekerasan 2,26 GPa. Jumlah yang dibutuhkan adalah 6 wt.% dengan temperatur sinter 1300 °C. Uji SEM menampilkan bentuk mikrografi keramik keramik ZB6 1300 paling rapat dibanding yang lain.

Kata kunci: pasir zirkon, keramik zirkon, B_2O_3 , V_2O_5 , Bi_2O_3

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ZIRCON CERAMICS WITH SINTERING AGENT ADDITION

Name : Gabriela Elsandika
NRP : 01111650010008
Adviser : Prof. Suminar Pratapa, Ph. D.

ABSTRACT

Synthesis of ZrSiO_4 ceramics using the raw material from the extraction zircon of Kereng Pangi Central Kalimantan natural sand has been completed. Zircon ceramics are synthesized with and without 3.6, and 9 wt.% sintering agents addition i.e. B_2O_3 (ZB), V_2O_5 (ZV), and Bi_2O_3 (ZBi). The synthesis was carried out at a temperature of 1100, 1200, 1300 ° C with a five-hour holding time.

Phase characterization was done with XRD, then analyzed qualitatively and quantitatively. The phase identification shows a single zircon phase for ceramics Z0, ZB, ZV at all temperatures. While the phase identification for ZBi ceramics shows a single phase at temperatures of 1100 and 1200 ° C. In addition, zircon and zirconia tetragonal phase were identified at 1300 ° C.

The value of ceramic density was tested by electronic densimeter. While the value of ceramics hardness is measured by Vickers microhardness. From these results can be determined that B_2O_3 is the most effective sintering agent to produce zircon ceramics with 90.97% relative density and 2,26 GPa hardness. The required amount of B_2O_3 is 6 wt.%, with a sinter temperature 1300 ° C. The SEM characterization shows ZB6 1300 ceramics grain form most closely than others.

Keywords: zircon sand, zircon ceramics, B_2O_3 , V_2O_5 , Bi_2O_3

KATA PENGANTAR

Peneliti mengucapkan pujian syukur kepada Tuhan Yang Maha Kasih atas penyertaan-Nya dalam setiap tahapan pelaksanaan penelitian ini. Hanya karena citra rahmat-Nya, peneliti mampu menyelesaikan penelitian yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Keramik Zirkon dengan Penambahan *Sintering Agent*”**. Dalam pengantar ini, peneliti, secara khusus menyampaikan ucapan terima kasih yang tulus kepada:

1. Prof. Suminar Pratapa, Ph.D, dosen pembimbing, yang telah membimbing dengan penuh perhatian. Peneliti menghaturkan salam hormat untuk keteladanan akademis dalam seluruh proses penelitian ini.
2. Prof. Dr. Suasgoro dan Dr. Mashuri, M.Si., dosen penguji sidang tesis, yang telah memberi banyak sumbang saran.
3. Dr. Yono Hadi Pramono, M.Eng., Kepala Departemen Fisika, beserta seluruh staf pengajar dan laboran, yang telah menyediakan fasilitas dan program penelitian yang memadai bagi kami.
4. Ayah dan Mama, yang telah menyediakan kesempatan menempuh pendidikan magister ini. Semoga peneliti dapat memaknai seluruh proses ini sebagai tanda cinta dan tanda bhakti seorang anak kepada orang tuanya.
5. Kakak Musyarofah, ‘pembimbing kedua’, yang telah memberi masukan, dukungan, bimbingan dan wawasan untuk selesainya penulisan tesis ini.
6. Rekan-rekan seperjuangan tim zirkon: Fikriyatul, Anita Dwi, dan Alfa Dinar, yang telah memberi banyak motivasi dan bantuan dalam proses eksperimen.
7. Rekan-rekan militan Fisika 2016, mahasiswa Pascasarjana Fisika angkatan 2016 serta Grup Bahan Alam yang telah berdinamika bersama baik dalam aktivitas pembelajaran klasikal, berbagai pengujian material di laboratorium, maupun dalam seminar atau konferensi.
8. Albertus Danang Satria Nugraha, suami tercinta, yang telah memberi banyak dukungan, baik tenaga maupun pikiran, motivasi dan doa yang tiada henti.

Akhirnya, demikianlah pengantar ini dibuat untuk para pembaca. Peneliti mengharapkan adanya sumbang gagasan untuk memperbaiki tesis ini dari para pembaca. Sekali lagi, peneliti mengucapkan terima kasih.

Surabaya, 19 Juli 2018
Gabriela Elsandika

DAFTAR ISI

JUDUL	i
TITLE	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penelitian	4

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Zirkon.....	5
2.2 Zirkon (ZrSiO_4).....	5
2.3 Proses Sinter.....	7
2.4 <i>Liquid Phase Sintering</i> (LPS)	7
2.5 <i>Sintering Agent</i>	8

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Prosedur Kerja.....	9
3.1.1 Ekstraksi Pasir Zirkon	9
3.1.2 Sintesis Keramik Zirkon tanpa <i>Sintering Agent</i>	11

3.1.3 Sintesis Keramik Zirkon dengan <i>Sintering Agent</i>	12
3.1.4 Sintesis Keramik Zirkon-B ₂ O ₃	12
3.2 Karakterisasi	11
3.2.1 Uji XRD (X-Ray Diffractometer)	11
3.2.2 Uji Densitas dan Porositas	12
3.2.3 Uji Kekerasan	13
3.2.4 Uji SEM	14
3.3 Tata Nama Sampel	15
3.3 Diagram Alir Penelitian	17

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Ekstraksi Serbuk Zirkon	21
4.2 Analisis Fasa Keramik Zirkon	22
4.3 Densitas dan Porositas Keramik Zirkon	26
4.4 Kekerasan Keramik Z0 dan ZB	30
4.5 Mikrografi Keramik Zirkon	30
4.6 Dikusi	32

BAB 5

PENUTUP

5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39

DAFTAR PUSTAKA	41
-----------------------------	----

LAMPIRAN A	46
-------------------------	----

LAMPIRAN B	56
-------------------------	----

BIOGRAFI PENULIS	58
-------------------------------	----

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kristal ZrSiO_4	6
Gambar 2.2	Mekanisme <i>Liquid Phase Sintering</i>	8
Gambar 3.1	Alat Densimeter Elektronik.....	13
Gambar 3.2	(a) Mekanisme indentasi pada sampel uji kekerasan Vickers (b) Bekas indentasi pada sampel	14
Gambar 3.3	Proses Ekstraksi Pasir Zirkon.....	17
Gambar 3.4	Proses Sintesis Keramik Zirkon tanpa <i>Sintering Agent</i>	18
Gambar 3.5	Sampel Keramik Zirkon tanpa <i>Sintering Agent</i> dengan variasi temperatur sinter 1100, 1200, 1300 °C.....	18
Gambar 3.6	Sampel Keramik Zirkon yang Disinter pada Temperatur Sinter 1100 °C (a)ZB3 (b)ZB6 (c)ZB9 (d)ZV3 (e)ZV6 (f)ZV9 (g)ZBi3 (h)ZBi6 (i)ZBi9	18
Gambar 3.7	Proses Sintesis Keramik Zirkon dengan <i>Sintering Agent</i>	19
Gambar 3.8	Sampel Keramik Zirkon yang Disinter pada Temperatur Sinter 1200 °C (a)ZB3 (b)ZB6 (c)ZB9 (d)ZV3 (e)ZV6 (f)ZV9 (g)ZBi3 (h) ZBi6 (i) ZBi9	19
Gambar 3.9	Sampel Keramik Zirkon yang Disinter pada Temperatur Sinter 1300 °C (a)ZB3 (b)ZB6 (c)ZB9 (d)ZV3 (e)ZV6 (f)ZV9 (g)ZBi3 (h)ZBi6 (i)ZBi9	20
Gambar 4.1	Pola Difraksi Sinar-X Radiasi $\text{CuK}\alpha$) dari sampel Ekstraksi Pasir Zirkon	22
Gambar 4.2	Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $\text{CuK}\alpha$) Keramik Zirkon tanpa Penambahan <i>Sintering Agent</i> yang disinter pada Temperatur 1100 °C, 1200 °C, 1300 °C	23
Gambar 4.3	Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Keramik ZB3 dengan Temperatur Sinter 1200°C	24
Gambar 4.4	Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $\text{CuK}\alpha$) Keramik Zirkon dengan Penambahan <i>Sintering Agent</i> B_2O_3 yang Disinter pada Temperatur (a)1100 °C (b)1200 °C (c)1300 °C.....	25
Gambar 4.5	Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $\text{CuK}\alpha$) Keramik Zirkon dengan Penambahan <i>Sintering Agent</i> V_2O_5 yang Disinter pada Temperatur (a)1100 °C (b)1200 °C (c)1300 °C.....	26

Gambar 4.6	Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $\text{CuK}\alpha$) Keramik Zirkon dengan Penambahan <i>Sintering Agent</i> Bi_2O_3 yang Disinter pada Temperatur (a)1100 °C (b)1200 °C (c)1300 °C.....	27
Gambar 4.7	Citra SEM mode SE <i>fractured surface</i> keramik-keramik (a) Z0 1100 (b) Z0 1300 (c) ZB6 1300 (d) ZB9 1300 (e) ZBi6 1300 (f) ZV6 1300	32
Gambar 4.8	Perubahan Mikrostruktur Bahan Selama Proses Sinter (a) Sebelum Proses Sinter (b) Awal Proses Sinter (c) Pertengahan Proses Sinter (d) Akhir Proses Sinter	36

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Fisis Material Zirkon	6
Tabel 2.2 Sifat Fisis B_2O_3	10
Tabel 2.3 Sifat Fisis V_2O_5	10
Tabel 2.4 Sifat Fisis Bi_2O_3	10
Tabel 3.1 Tata Nama Sampel.....	16
Tabel 4.1 Komposisi Unsur dalam Sampel Sebelum dan Setelah Ekstraksi	21
Tabel 4.2 Komposisi Fasa Keramik Z0, ZB, ZV dan ZBi	28
Tabel 4.3 Densitas dan Porositas Keramik Z0, ZB, ZV dan ZBi	29
Tabel 4.4 Kekerasan Keramik Z0 dan ZB	30

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A Plot XRD Hasil Analisis Rietica	47
LAMPIRAN B Luaran Analisis Rietica Tabel	57

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Keramik merupakan salah satu material yang banyak digunakan untuk menunjang kegiatan sehari-hari. Salah satu bahan keramik fungsional, yaitu ZrSiO_4 (zirkon atau zirkonium silikat). Zirkon memiliki potensi sebagai material keramik yang handal karena memiliki sifat fisis yang baik, antara lain konduktivitas panas yang rendah ($5,1 \text{ W/m } ^\circ\text{C}$ pada temperatur ruang dan $3,5 \text{ W/m } ^\circ\text{C}$ pada temperatur $1000 \text{ } ^\circ\text{C}$), koefisien ekspansi termal yang rendah ($4,1 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ pada rentang 25 dan $1400 \text{ } ^\circ\text{C}$) dan daya tahan mekanik terhadap panas yang tinggi (lebih dari $1400 \text{ } ^\circ\text{C}$) (Rendtorff et al., 2012a; Singh et al., 2010; Suárez et al., 2015; Veytizou et al., 2000). Berdasarkan sifat-sifat termomekanik yang unggul tersebut, zirkon dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan seperti peralatan rumah tangga, industri, elektronika, refraktori, hingga teknologi ruang angkasa (Kwela, 2001).

Pada dasarnya, zirkon adalah nama salah satu pasir alam. Indonesia memiliki daerah dengan potensi pasir mineral zirkon yang cukup besar. Hingga saat ini kekayaan alam tersebut belum dimanfaatkan secara maksimal seperti yang terdapat di Kalimantan, Kepulauan Riau, dan Bangka Belitung. Upaya pengolahan pasir zirkon menjadi material fungsional lain perlu dilakukan guna memberikan nilai tambah mineral. Hal ini sejalan dengan peraturan yang telah dikeluarkan oleh pemerintah Indonesia terkait Pertambangan Mineral dan Batu Bara (Minerba), yaitu Pasal 2 Bab II Undang-Undang No. 4 Tahun 2009, serta Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral (Permen ESDM) RI No. 07 Tahun 2012 tentang Peningkatan Nilai Tambah Mineral Melalui Pengolahan dan Permurnian Mineral.

Dalam aplikasinya, zirkon perlu dibentuk menjadi keramik padat. Pembentukan keramik zirkon dapat dilakukan dengan metode hidrotermal dan sol-gel pada temperatur sinter $1500 \text{ } ^\circ\text{C}$ berbahan dasar *hydrous zirconia* dan silika amorf. Dengan metode ini dihasilkan keramik zirkon dengan densitas $4,41 \text{ g/cm}^3$

dan kekerasan 9,81 GPa (Itoh, 1992). Selain itu, keramik zirkon dapat dibuat dengan metode reaksi padat pada temperatur sinter 1400 °C dengan bahan dasar serbuk zirkon-zirkonia ($\text{ZrSiO}_4\text{-ZrO}_2$). Metode ini menghasilkan keramik dengan densitas 4,8 g/cm³ dan kekerasan 15,22 GPa (Rendtorff et al., 2012a). Pada kajian literatur yang telah dilakukan, belum ditemukan penggunaan bahan dasar serbuk zirkon yang berasal dari material alam, yang memiliki ekonomi lebih tinggi, untuk sintesis keramik zirkon. Di samping itu, salah satu tantangan dalam sintesis keramik zirkon adalah densitas tinggi baru dapat diperoleh pada temperatur di atas 1300 °C.

Keramik zirkon dengan densitas yang tinggi masih sulit dibentuk. Hal ini disebabkan oleh temperatur leleh zirkon yang tinggi yaitu pada 2550 °C (Poernomo, 2012). Untuk meningkatkan densitas dan menurunkan porositas keramik zirkon, beberapa material aditif dapat digunakan, antara lain TiO_2 (Pandolfelli et al., 1991), SiO_2 dan Al_2O_3 (Lee et al., 2008). Penambahan bahan tersebut dapat menurunkan temperatur sinter, namun cenderung menurunkan nilai kekerasan keramik (Suárez et al., 2015). Untuk menurunkan porositas keramik, Nurlaila (2016) melakukan penambahan B_2O_3 (boria) pada sistem keramik padat $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$ bukan pada serbuk zirkon (Nurlaila, 2016). Penambahan boria sebanyak 3wt% tersebut menjadikan porositas keramik $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$ hanya turun sebanyak 0,3% pada temperatur sinter 1100 °C dan densitas 3,60 g/cm³ pada temperatur 1200 °C. Di sisi lain, penambahan boria juga pernah dilakukan untuk sintesis keramik forsterit. Dengan penambahan 4 wt.% boria, dan 3 wt.% serbuk polivinil alkohol sebagai *sintering agent*, keramik forsterite densitas tinggi berhasil dibentuk dengan porositas 0,3% pada temperatur sinter 1200 °C (Pratapa et al., 2017).

Penggunaan V_2O_5 sebesar 1 mol% sebagai *sintering agent* pernah dilakukan oleh Liu (2007) untuk keramik ZnTiO_3 (Liu et al., 2007). Pada umumnya keramik tersebut berhasil mengalami densifikasi pada temperatur 1150 °C. Namun pada penelitian ini, keramik yang dihasilkan mencapai densitas 96,1% pada temperatur 900 °C. Lo (1997) melaporkan, kepadatan MCAS *glass* meningkat sebanding dengan penambahan Bi_2O_3 (Lo and Yang, 1998). Pada penelitian ini, kepadatan tanpa *sintering agent* diperoleh pada temperatur 1000

°C. Penambahan Bi_2O_3 dapat menurunkan temperatur densifikasi yaitu pada 930 °C.

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini difokuskan pada sintesis keramik zirkon dengan variasi sintering agent B_2O_3 , V_2O_5 , Dan Bi_2O_3 . Sintesis dilakukan dengan bahan dasar yaitu serbuk zirkon hasil ekstraksi pasir zirkon alam. Karakterisasi yang akan dilakukan adalah struktur dan sifat mekanik berupa densitas dan kekerasan keramik. Pada penelitian ini diharapkan diperoleh keramik zirkon berbahan dasar pasir alam dengan densitas yang tinggi.

1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, permasalahan pada penelitian ini yaitu bagaimana karakteristik keramik zirkon dengan dan tanpa penambahan B_2O_3 , V_2O_5 , dan Bi_2O_3 yang disinter pada temperatur 1100–1300 °C berbahan dasar serbuk zirkon berukuran sub-mikro dari pasir alam.

1.3. Tujuan Penelitian

Berdasarkan permasalahan tersebut, maka tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik keramik zirkon dengan dan tanpa penambahan B_2O_3 , V_2O_5 , dan Bi_2O_3 yang disinter pada temperatur 1100-1300 °C berbahan dasar serbuk zirkon berukuran sub-mikro dari pasir alam.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Serbuk zirkon yang digunakan pada penelitian ini menggunakan bahan alam pasir zirkon yang diambil dari Kalimantan Tengah yang kemudian diekstraksi seperti yang telah dilakukan Muwwaqor (2016) (Muwwaqor, 2016).
2. Komposisi *sintering agent* B_2O_3 , V_2O_5 maupun Bi_2O_3 untuk pembentukan keramik sebesar 0, 3, 6 dan 9 wt.%. Variasi temperatur sinter yang digunakan adalah 1100 °C, 1200 °C, dan 1300 °C dengan waktu penahanan 5 jam.
3. Karakterisasi yang dianalisis adalah komposisi fasa, porositas, densitas, kekerasan dan mikrostruktur keramik zirkon dengan variasi temperatur sinter

1100 °C, 1200 °C dan 1300 °C dengan dan tanpa penambahan B_2O_3 , V_2O_5 , dan Bi_2O_3 .

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi mengenai pembentukan keramik zirkon dari bahan dasar pasir zirkon.
2. Memberikan informasi mengenai pengaruh penambahan B_2O_3 , V_2O_5 , dan Bi_2O_3 terhadap komposisi fasa, porositas, densitas, kekerasan, dan mikrostruktur keramik zirkon.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Zirkon

Pasir zirkon merupakan mineral yang mengandung rutil, ilemenit, monosit, leucoxene, garnet, kyanite, epidot, magnetit, aptit dan sebagainya (Biswas et al., 2010). Pasir jenis ini banyak ditemukan sebagai endapan di sungai dan di pantai, yang tersebar di daerah Kalimantan Barat dan Kalimantan Tengah (Ying et al., 1994). Warna yang dimiliki pasir zirkon bervariasi, yaitu kekuningan, merah muda, kemerahan, kecokelatan, dan kadang-kadang berwarna hijau, biru maupun hitam. Zirkon dapat juga ditemukan dalam bentuk butiran seperti pasir yang umumnya berasal dari batu granit yang telah mengalami pelapukan (Pradhan and Sinha, 2005).

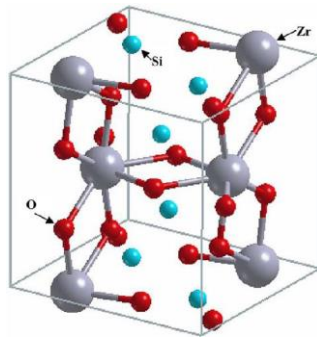
Pasir zirkon murni memiliki massa jenis $4,68 \text{ g/cm}^3$. Zirkon mudah dipisahkan dari bahan mineral magnetik dan konduktif yang terkandung dalam pasir zirkon. Hal ini dikarenakan zirkon bersifat non magnetik serta nonkonduktif.

2.2 Zirkon (ZrSiO_4)

Sebagai bahan mineral yang masih besar persediaanya, zirkon sering diaplikasikan dalam industri besi dan baja, pelindung abrasi, maupun sebagai keramik (Williamson, 1991). Zirkon merupakan salah satu bahan keramik fungsional yang saat ini banyak dikembangkan pengaplikasiannya seperti sensor, sambungan semikonduktor, pigmen keramik, material yang memiliki dielektrisitas tinggi, dan sebagainya (Huang et al., 2017). Zirkon merupakan mineral stabil yang tidak mudah lapuk, baik secara kimiawi maupun fisika.

Stabilitas zirkon ditunjukkan dengan ekspansi termal dan koefisien konduktivitas yang rendah. Nilai koefisien termal zirkon sebesar $5,3 \text{ ppm/}^\circ\text{C}$ antara 25°C hingga 1500°C . Sedangkan nilai koefisien konduktivitas panas zirkon sebesar $6,1 \text{ W/m}^\circ\text{C}^{-1}$ pada temperatur 100°C dan $4,0 \text{ W/m}^\circ\text{C}^{-1}$ pada temperatur 1400°C . Zirkon memiliki titik leleh sekitar 2550°C (Poernomo, 2012). Pada

temperatur antara 1500 hingga 2000 °C, zirkon dapat mengalami pemisahan menjadi zirkonia dan silika (Williamson, 1991). Beberapa sifat fisis zirkon dapat dilihat pada Tabel 2.1.



Gambar 2.1 Struktur Kristal ZrSiO_4

Tabel 2.1 Sifat Fisis Material Zirkon

Sifat	Nilai
Densitas	4,63 g/cm ³
Titik leleh	2550 °C
Temperatur dekomposisi	1673 °C
Kekerasan	8,5 GPa
<i>Flexural strength</i>	320 MPa
Ketangguhan	3,0 MPa.m ^{1/2}
Tetapan dielektrik	10,7-12,6
Entropi pembentukan	-24,0 kJ/mol

Zirkon memiliki kisi Bravais *Body-centered tetragonal* dengan 12 atom pada setiap unit kisinya seperti pada Gambar 2.1, termasuk dalam grup ruang I4/amd (Srikanth et al., 2016). Parameter kisi yang dimiliki zirkon yaitu $a = 0,653$ nm dan $b=c = 0,591$ nm (Puthenkovilakam et al., 2004). Dalam satu unit sel terdapat empat grup SiO_4^{4-} dan empat grup ZrO_8^{12-} . Struktur ikatan dalam satu unit zirkon merupakan ikatan SiO_4 pada setiap tepinya dan ZrO_8 sejajar dengan sumbu-z. Selain itu, terdapat ikatan SiO_4 pada sudut-sudut unit sel dengan ZrO_8 yang sejajar dengan sumbu-x dan sumbu-y (Du et al., 1999). Komposisi alami zirkon umumnya 67,2 wt.% zirkonia (ZrO_2) dan 32,8 wt.% silika (SiO_2). Ikatan

antara zirkonia dan silika sangat stabil, oleh karenanya zirkon tidak larut dalam air melainkan dalam larutan asam, tapi akan mengendap kembali dalam larutan basa.

2.3 Proses Sinter

Proses sinter merupakan pemanasan pada temperatur tinggi yang bertujuan untuk menggabungkan partikel serbuk satu dengan yang lain (Fatimah et al., 2006) menjadi sebuah padatan. Karena proses ini bekerja di bawah temperatur leleh, maka bentuk awal sampel yang dipanaskan tidak akan berubah (Wismogroho, 2013). Proses ini terjadi dalam tiga tahapan yaitu tahap awal, tahap pertengahan, tahap akhir (Coble, 1961).

Initial Stage (Tahap Awal)

Pada *initial stage* terjadi pertumbuhan leher *necking* antar partikel yang cukup cepat akibat adanya difusi antar partikel. Dalam tahap ini terjadi pemadatan akibat adanya *necking*. Proses ini terjadi hingga densitas meningkat ~0,65 dari densitas teoritik (Rahaman, 2003).

Intermediate Stage (Tahap Pertengahan)

Intermediate stage terjadi saat pori-pori anatar partikel mencapai keadaan setimbang. Tahap ini merupakan bagian utama dalam proses sinter dan berakhir saat densitas mencapai 0,9 dari densitas teoritis (Rahaman, 2003).

Final Stage (Tahap Akhir)

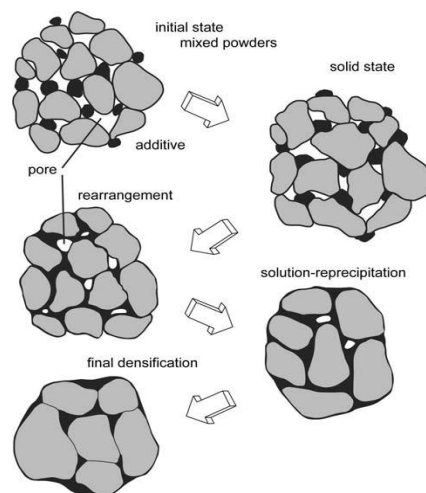
Pada *final stage* pori-pori semakin mekecil. Bahkan jika yang disinter merupakan sistim *powder*, pori-pori dapat hilang sama sekali (Rahaman, 2003).

2.4 Liquid Phase Sintering (LPS)

Liquid Phase Sintering merupakan proses sinter yang melibatkan adanya fasa cair yang digunakan untuk membantu perubahan mikrostruktur keramik sesuai dengan yang diinginkan. Tujuan utama LPS adalah untuk meningkatkan densifikasi dan mempercepat pertumbuhan butir. Jumlah fasa cair yang dibentuk selama proses sinter biasanya sangat kecil (dalam vol%). Proses ini juga berperan untuk menurunkan temperatur sinter yang biasa digunakan pada *solid phase sintering* (Gomez et al., 2004).

Kelemahan dari LPS adalah fasa cairan yang digunakan pada umumnya tetap bertahan sebagai fasa *amorf*, sehingga dapat menurunkan sifat mekanik keramik seperti munculnya retak dan ketahanan lelah yang rendah. Oleh sebab itu penambahan aditif sebagai fasa cair dalam LPS perlu diperhatikan batasannya, agar tidak merubah karakteristik keramik yang diharapkan (Rahaman, 2003).

Dalam sistem LPS, kemungkinan terjadi reaksi kimia antara partikel padat dan fasa cairan relatif kecil. Yang berperan penting dalam proses ini adalah energi *interfacial* partikel. Terdapat tiga tahapan dalam proses LPS yaitu (1) distribusi cairan dan penataan partikel padat di bawah pengaruh tegangan kapiler (2) densifikasi dan perubahan bentuk butir (3) ditutup dengan sisa porositas oleh cairan (German, 1985). Mekanisme *Liquid Phase Sintering* diilustrasikan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Mekanisme *Liquid Phase Sintering* (German, 1985)

2.5 Sintering Agent

Dalam penggunaan keramik, penggunaan bahan aditif tertentu dalam konsentrasi fraksi berat yang rendah merupakan hal yang penting untuk mengendalikan karakteristik material. Hal ini dilakukan terutama untuk mendapatkan bentuk yang diinginkan serta mengontrol homogenitas keramik. Fungsi bahan aditif dalam hal ini secara umum adalah sebagai pelarut, dispersan, pengikat, ataupun *plasticizer* (Rahaman, 2003).

Untuk LPS, bahan keramik biasanya terdiri dari dua penyusun yaitu komponen utama dan fasa aditif. Penambahan aditif juga berperan dalam proses LPS (Rahaman, 2003), yang selanjutnya akan disebut dengan *sintering agent*. Tujuan penambahan *sintering agent* adalah untuk meningkatkan densitas dan mereduksi porositas. Pada saat pemanasan, *sintering agent* mencair mengisi pori-pori antar partikel. Gambar 2.2 menunjukkan bahwa penambahan bahan aditif pada suatu material akan mereduksi porositas. Dalam penelitian ini *sintering agent* yang digunakan adalah B_2O_3 , V_2O_5 , dan Bi_2O_3 .

B_2O_3

Boron (B_2O_3) merupakan *a lower-temperature glass former* (Hao et al., 2012). B_2O_3 memiliki titik lebur $450-465^\circ C$, sehingga pada temperatur sinter keramik yang rendah sudah dapat melebur dan mengisi rongga di antara butir keramik. Dengan demikian, proses pemadatan terjadi lebih cepat.

V_2O_5

Vanadat (V_2O_5) merupakan senyawa anorganik yang banyak digunakan sebagai katalis dalam dunia industri (Bauer et al., 2000). Memiliki struktur kristal ortorombik dengan parameter kisi $a=1151$ pm; $b=335,9$ pm; Dan $c=437,1$ pm (Shklover et al., 1996).

Bi_2O_3

Bismuth oksida (Bi_2O_3) memiliki lima polimorf. Pada suhu ruang memiliki struktur kristal α - Bi_2O_3 monoklinik. Pada temperatur tinggi memiliki tiga fasa antara lain β - Bi_2O_3 tetragonal, γ - Bi_2O_3 *body-centred cubic*, σ - Bi_2O_3 kubik, dan ε - Bi_2O_3 (Malmros et al., 1970). Bi_2O_3 dapat diperoleh dengan mengkalsin Bismuth nitrat komersial pada temperatur $730^\circ C$ selama 3 jam.

Tabel 2.2 Sifat Fisis B_2O_3

Sifat	Nilai
Berat Molekul	69,6182 gr/mol
Densitas	2,34 gr/cm ³ (cair) 2,55 gr/cm ³ (trigonal) 3,11-3,146 gr/cm ³ (monoklinik)
Titik Leleh	450°C (trigonal) 510 °C (tetrahedral)
Titik Didih	1860 °C
Kelarutan	Larut sebagian dalam metanol

Tabel 2.3 Sifat Fisis V_2O_5 (Weast, 1981)

Sifat	Nilai
Berat Molekul	181,88 gr/mol
Densitas	3,357 gr/cm ³
Titik leleh	690°C (842-869°F)
Titik didh	1750 °C (terdekomposisi)
Kelarutan dalam air	8,0 gr/L (20 °C)

Tabel 2.4 Sifat Fisis Bi_2O_3 (Patnaik, 2003)

Sifat	Nilai
Berat Molekul	465,96 gr/mol
Densitas	8,90 gr/cm ³
Titik leleh	817°C
Titik didih	1890 °C
	8,0 gr/L (20 °C)
Kelarutan	Hanya larut dalam asam

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Prosedur Kerja

3.1.1 Ekstraksi Pasir Zirkon

Serbuk zirkon akan diekstraksi dari bahan alam yaitu pasir puya Kalimantan Tengah. Sebelum diekstrak, pasir puya harus dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan mineral pengotor kemudian dikeringkan. Pasir yang sudah kering kemudian diseparasi menggunakan magnet permanen untuk menghilangkan pengotor berbahan magnetik. Untuk mendapatkan serbuk zirkon yang ukurannya homogen, selanjutnya dilakukan penggilingan menggunakan *planetary ball milling* di dalam alkohol selama 2 jam. Pasir yang sudah digiling kemudian dikeringkan selama 24 jam. Setelah pasir kering, selanjutnya dilakukan perendaman dalam HCl 2M menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur ruang selama 1 jam. Sampel yang telah direndam kemudian didiamkan selama 24 jam untuk diambil bagian yang mengendap. Endapan tersebut dicuci hingga memiliki pH netral kemudian dikeringkan. Langkah berikutnya yaitu perendaman sampel dalam larutan NaOH 7M pada temperatur 300 °C hingga didapatkan sampel yang telah mengerak. Kemudian dilakukan pengadukan kembali sampel yang telah mengerak dalam 200 mL akuades pada temperatur ruang selama 1 jam. Setelah proses pengadukan selesai, sampel dibiarkan mengendap kembali selama 48 jam untuk mendapatkan endapan zirkon dan larutan Na₂SiO₃. Endapan yang didapat kemudian dicuci hingga memiliki pH netral kemudian dikeringkan (Muwwaqor, 2016; Nurlaila, 2016). Hasil pengeringan yang akan didapat berupa serbuk zirkon. Serbuk yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan XRD.

3.1.2 Sintesis Keramik Zirkon tanpa *Sintering Agent*

Sintesis keramik zirkon dilakukan dengan cara mengompaksi serbuk zirkon. Serbuk yang telah dikompaksi kemudian disinter pada temperatur 1100, 1200 dan 1300 °C dengan waktu penahanan 5 jam sehingga dihasilkan keramik

zirkon. Sampel yang sudah disinter kemudian diuji karakteristiknya berupa uji XRD, densitas, porositas, kekerasan dan SEM.

3.1.3 Sintesis Keramik Zirkon dengan *Sintering Agent*

Sintesis keramik zirkon dilakukan sesuai dengan metode yang telah dilakukan Pratapa (2017) yaitu dengan mencampur serbuk Zirkon dengan 3, 6, 9 wt.% *sintering agent* berupa B_2O_3 , V_2O_5 , dan Bi_2O_3 . Pencampuran dilakukan di dalam *Planetary Ball Milling* selama 5 jam. Hasil dari pencampuran serbuk tersebut selanjutnya dikompaksi dengan tebal 2mm dan diameter 13mm. Pelet yang sudah terkompaksi kemudian disinter pada temperatur 1100, 1200 dan 1300 °C dengan waktu penahanan 5 jam. Keramik yang sudah disinter kemudian diuji karakteristiknya berupa uji XRD, densitas, porositas, kekerasan, dan SEM.

3.2 Karakterisasi

3.2.1 Uji XRD (*X-Ray Diffraction*)

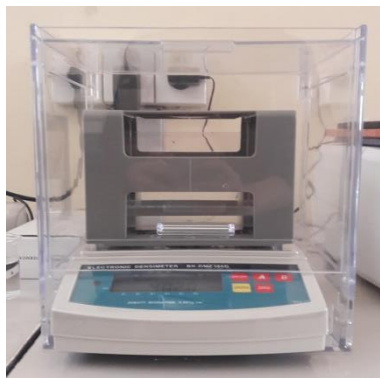
Pengujian dengan XRD akan dilakukan untuk mengidentifikasi fasa-fasa kristalin pada sampel. Alat yang digunakan yaitu X-Ray Diffractometer Philips Binary X'Pert PRO, PANalytical di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS Surabaya. Pengukuran ini dilakukan pada sudut 15-65° dan step size 0,0170°. Hasil pengujian dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis secara kualitatif dilakukan dengan mencocokkan hasil pengujian dengan database menggunakan program *Match!*2. Analisis secara kuantitatif dilakukan dengan mencocokkan data terhitung dengan data terukur menggunakan program *Rietica* untuk mendapatkan struktur kristal dan kuantitas fasa (%berat ataupun %volume) berdasarkan metode penghalusan Rietveld (Pratapa, 2009).

3.2.2 Uji Densitas dan Porositas

Densitas dan porositas material padat diukur dengan densimeter elektronik (Gambar 3.1) model BK-DME300D dengan resolusi densitas 0,001g/cm³. Densitas atau massa jenis adalah suatu besaran kerapatan massa benda yang dinyatakan dalam berat benda per satuan volume benda tersebut dengan simbol ρ dalam g/cm³.

Porositas merupakan suatu ukuran yang dipakai untuk menyatakan ruang kosong di antara material. Porositas dinyatakan dalam bentuk presentase antara 0 hingga 100 % yang merupakan fraksi dari volume ruang kosong terhadap volume total material sesuai dengan Persamaan 3.1.

$$\% \text{ porositas} = \frac{\rho - \rho_{\text{teoritik}}}{\rho_{\text{teoritik}}} \times 100\% \quad (3.1)$$



Gambar 3.1. Alat Densimeter Elektronik

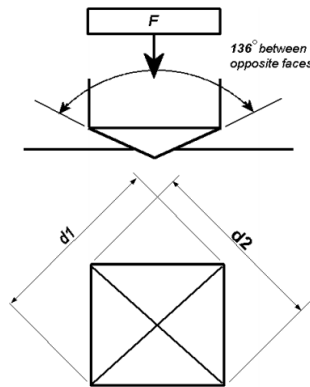
3.2.3 Uji Kekerasan

Pengujian kekerasan Vickers akan dilakukan guna melihat ketahanan suatu material terhadap deformasi pada daerah lokal dan permukaan material. Pengujian Vickers menggunakan metode indentasi, yaitu dengan cara mengukur ketahanan material terhadap gaya tekanan yang diberikan identor dengan memperhatikan besar beban yang diberikan. Uji kekerasan Vickers menggunakan identor piramida intan dengan beban uji antara 1 gf hingga 100 kgf. Besar sudut antar permukaan piramida intan yang saling berhadapan adalah 136° seperti gambar 3.2(a).

Kekerasan Vickers dapat dicari dengan mengukur bekas indentasi pada sampel. Dua diagonal (gambar 3.2(b)) diukur dengan menggunakan mikroskop, kemudian dihitung luas permukaan bekas indentasinya. Angka kekerasan Vickers (VHN) didefinisikan sebagai besarnya beban yang diberikan dibagi luas penampang lekukan bekas indentasi sesuai dengan Persamaan 3.3, dengan P

merupakan beban yang digunakan (kgf) dan d merupakan panjang diagonal rata-rata (mm). Besarnya beban yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1 kgf atau 9,807 Newton. Hasil yang didapatkan merupakan angka kekerasan vickers dalah Hv, untuk itu perlu dikonversi ke GPa, sehingga dapat dibandingkan dengan kekerasan zirkon teoritik maupun kekerasan keramik zirkon dari penelitian-penelitian sebelumnya. 1 Hv sama dengan 0,009 GPa.

$$VHN = \frac{F}{A} = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = \frac{(1.854)P}{d^2} \quad (3.3)$$



Gambar 3.2 (a) Mekanisme indentasi pada sampel uji kekerasan Vickers
(b) Bekas indentasi pada sampel

3.2.4 Uji SEM

Pengujian sampel menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) akan dilakukan dengan tujuan untuk mengidentifikasi struktur mikro sampel. Pembentukan gambar pada alat ini merupakan proses interaksi antara elektron sumber dengan atom pada bahan. Untuk menghindari gangguan dari molekul udara terhadap berkas elektron, sistem di dalam SEM di-*vakum*-kan. Tapi keadaan vakum yang tinggi menyebabkan naiknya sensitifitas pendektasian alat terhadap sifat non-konduktifitas. Hal ini dapat menyulitkan analisis pada bahan-bahan non-

konduktif, seperti bahan keramik. Oleh sebab itu dalam pengujian bahan keramik diperlukan pelapisan konduktif (Sujatno et al., 2015).

Pada penelitian ini karakterisasi SEM dilakukan di Departemen Teknik Mesin. Untuk proses pengambilan gambar, potongan sampel siletakkan dan ditempelkan di atas SEM *specimen holder* menggunakan *carbon double tape* dengan bagian penampang melintang (*cross section*) mengarah vertikal ke lensa obyektif. Hal ini dilakukan untuk melihat pengaruh penambahan *sintering agent* terhadap mikrostruktur keramik. *Double tape* yang digunakan terbuat dari karbon yang konduktif pada kedua sisinya. Bahan ini berfungsi menghantarkan semua elektron yang masuk ke dalam bahan untuk keluar lagi melalui *grounding*.

Karakterisasi SEM memanfaatkan interaksi elektron dengan atom-atom baik di permukaan maupun di dalam bahan. Akibat interaksi tersebut, ada sebagian berkas elektron yang keluar kembali dari permukaan bahan yaitu *Backscattered Electrons* (BE). Sebagian elektron lainnya disebut *Secondary Electron*, masuk ke dalam bahan kemudian memindahkan sebagian energinya pada elektron atom penyusun bahan sehingga dapat terpental ke luar permukaan bahan (Roque-Malherbe, 2010). Pembentukan elektron-elektron sekunder selalu diikuti munculnya sinar-X karakteristik untuk setiap elemen penyusun bahan, sehingga dapat digunakan untuk mengetahui kandungan unsur yang ada di dalam bahan yang diteliti. Pada penelitian ini metode yang digunakan adalah *secondary electron* dengan perbesaran 2000 kali.

3.3 Tata Nama Sampel

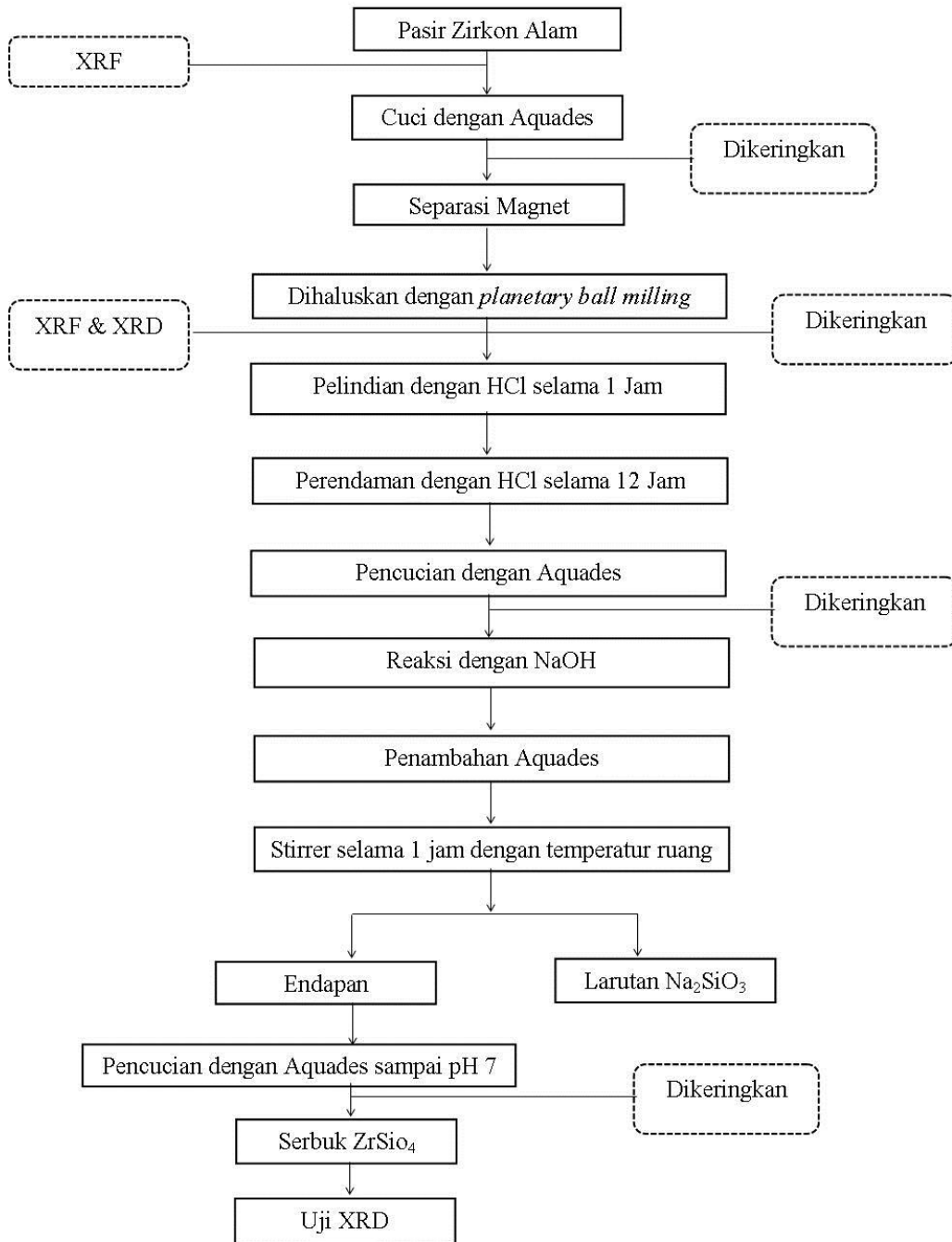
Untuk penjelasan selanjutnya, sampel akan disebutkan dengan tata nama seperti yang ditunjukkan Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Tata Nama Sampel

No	Sintering Agent		Temperatur Sinter (°C)	Nama Sampel
	Senyawa	Komposisi (.wt%)		
1	-	-	1100	Z0 1100
2	-	-	1200	Z0 1200
3	-	-	1300	Z0 1300
4	B ₂ O ₃	3	1100	ZB3 1100
5	B ₂ O ₃	6	1100	ZB6 1100
6	B ₂ O ₃	9	1100	ZB9 1100
7	B ₂ O ₃	3	1200	ZB3 1200
8	B ₂ O ₃	6	1200	ZB6 1200
9	B ₂ O ₃	9	1200	ZB9 1200
10	B ₂ O ₃	3	1300	ZB3 1300
11	B ₂ O ₃	6	1300	ZB6 1300
12	B ₂ O ₃	9	1300	ZB9 1300
13	V ₂ O ₅	3	1100	ZV3 1100
14	V ₂ O ₅	6	1100	ZV6 1100
15	V ₂ O ₅	9	1100	ZV9 1100
16	V ₂ O ₅	3	1200	ZV3 1200
17	V ₂ O ₅	6	1200	ZV6 1200
18	V ₂ O ₅	9	1200	ZV9 1200
19	V ₂ O ₅	3	1300	ZV3 1300
20	V ₂ O ₅	6	1300	ZV6 1300
21	V ₂ O ₅	9	1300	ZV9 1300
22	Bi ₂ O ₃	3	1100	ZBi3 1100
23	Bi ₂ O ₃	6	1100	ZBi6 1100
24	Bi ₂ O ₃	9	1100	ZBi9 1100
25	Bi ₂ O ₃	3	1200	ZBi3 1200
26	Bi ₂ O ₃	6	1200	ZBi6 1200
27	Bi ₂ O ₃	9	1200	ZBi9 1200
28	Bi ₂ O ₃	3	1300	ZBi3 1300
29	Bi ₂ O ₃	6	1300	ZBi6 1300
30	Bi ₂ O ₃	9	1300	ZBi9 1300

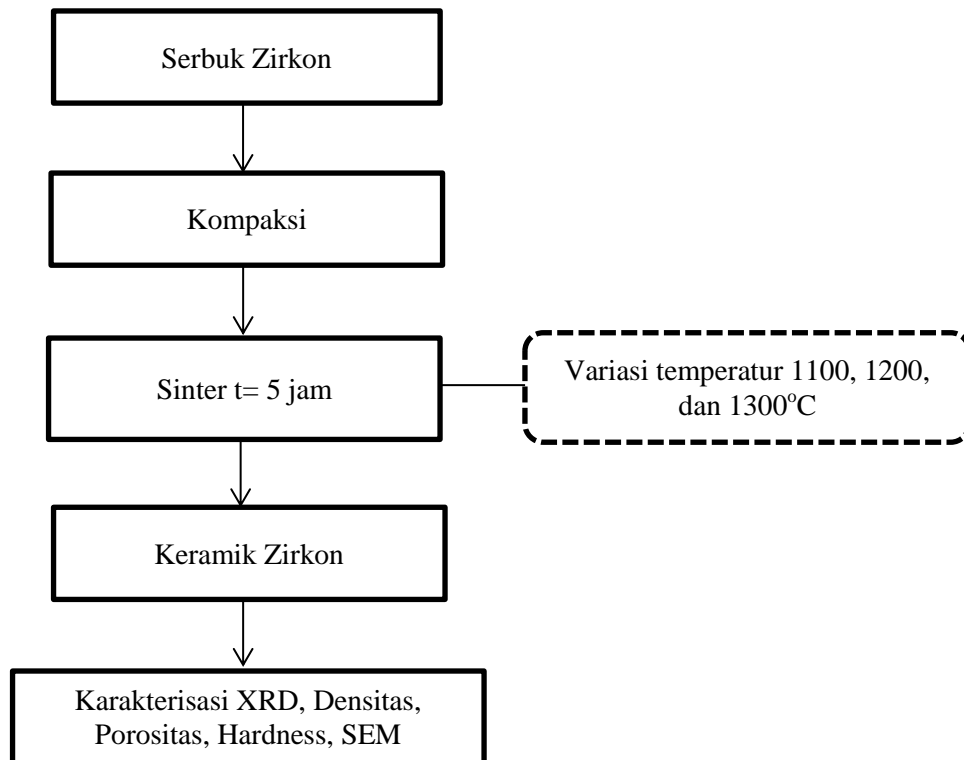
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.3.1 Ekstraksi Pasir Zirkon

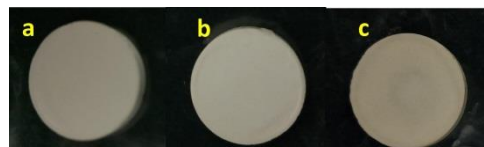


Gambar 3.3 Proses Ekstraksi Pasir Zirkon (Nurlaila, 2016 dan Muwwaqor, 2016)

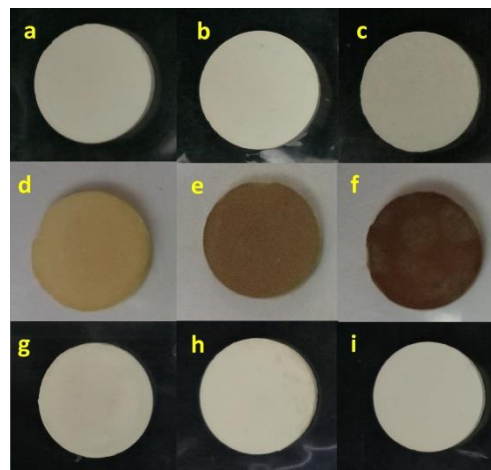
3.3.2 Sintesis Keramik Zirkon tanpa *Sintering Agent*



Gambar 3.4 Proses Sintesis Keramik Zirkon tanpa *Sintering Agent*

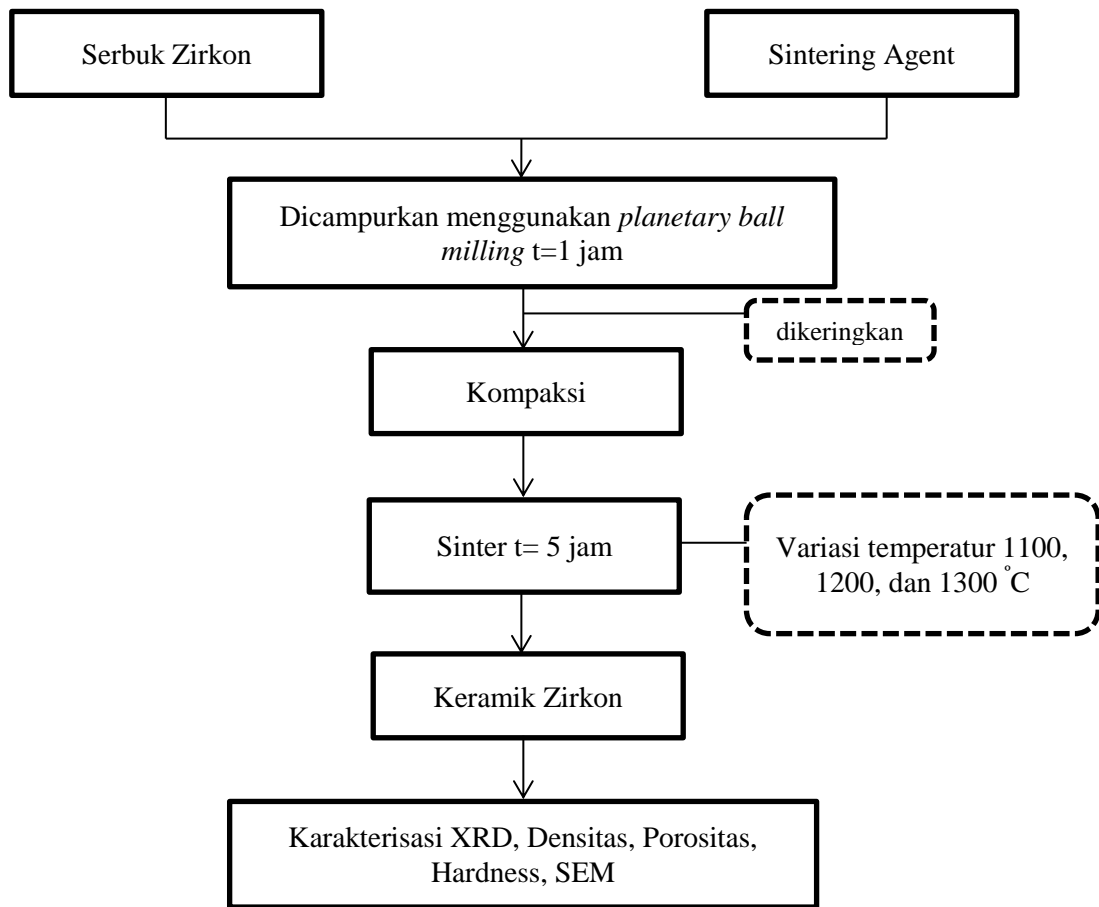


Gambar 3.5 Sampel Keramik Zirkon Tanpa Sintering Agent dengan Variasi Temperatur Sinter 1100, 1200, 1300 °C

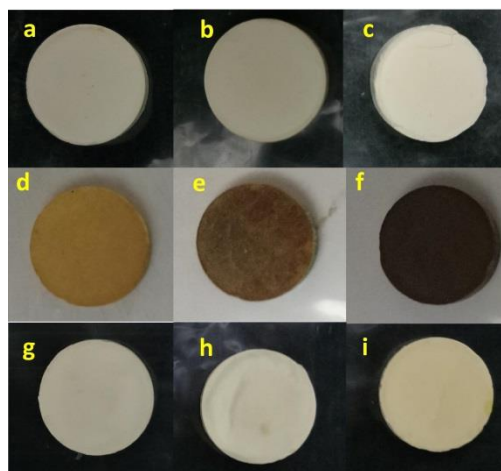


Gambar 3.6 Sampel Keramik Zirkon yang Disinter pada Temperatur Sinter 1100 °C
(a)ZB3 (b)ZB6 (c)ZB9 (d)ZV3 (e) ZV6 (f) ZV9 (g)ZBi3 (h) ZBi6 (i) ZBi9

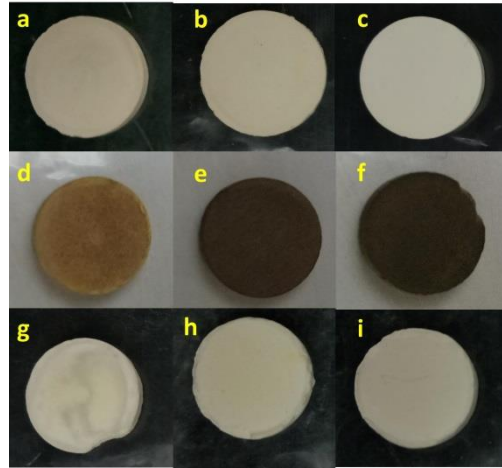
3.3.3 Sintesis Keramik Zirkon dengan *Sintering Agent*



Gambar 3.7 Proses Sintesis Keramik Zirkon dengan *Sintering Agent*



Gambar 3.8 Sampel Keramik Zirkon yang Disinter pada Temperatur Sinter 1200 °C
(a)ZB3 (b)ZB6 (c)ZB9 (d)ZV3 (e) ZV6 (f) ZV9 (g)ZBi3 (h) ZBi6 (i) ZBi9



Gambar 3.9 Sampel Keramik Zirkon yang Disinter pada Temperatur Sinter 1300 °C
 (a)ZB3 (b)ZB6 (c)ZB9 (d)ZV3 (e) ZV6 (f) ZV9 (g)ZBi3 (h) ZBi6 (i) ZBi9

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Ekstraksi Serbuk Zirkon

Bahan dasar keramik zirkon yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari pasir zirkon alam (pasir puya) dari desa Kereng Pangi, Kalimantan Tengah. Selanjutnya, pasir zirkon dimurnikan dengan metode seperti yang telah dilakukan Nurlaila (2016), Muwwaqor (2016), dan Lestari (2017) yaitu separasi magnetik, perendaman HCl dan pereaksian dengan NaOH (Muwwaqor, 2016; Nurlaila, 2016; Lestari, 2017). Dari proses pemurnian didapatkan serbuk zirkon berukuran sub-mikron (~170 nm).

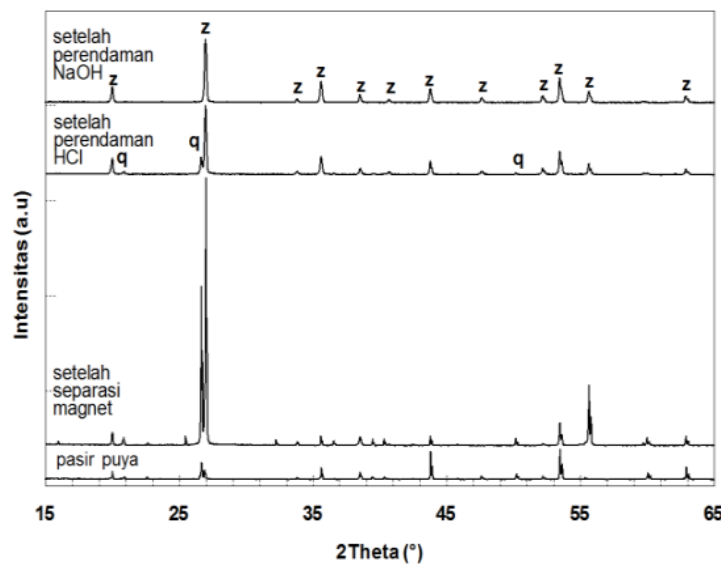
Tabel 4. 1 Komposisi Unsur dalam Sampel Sebelum dan Setelah Ekstraksi (Muwwaqor, 2016; Nurlaila, 2016; Lestari, 2017)

Kuantitas elemen (wt.%)	Sampel			
	Pasir Puya	Setelah Separasi Magnet	Perendaman HCl	Setelah Perendaman NaOH
Zr	59,40	57,23	76,22	80,99
Si	33,41	37,56	19,44	14,20
Ti	5,59	4,20	2,79	2,47
Hf	0,83	0,75	1,29	1,30
Fe	0,30	-	-	-
Cr	0,21	-	-	-
Y	0,19	0,18	0,22	0,04
Sn	0,02	-	0,01	0,01
Ag	0,01	-	0,01	0,01
Cd	0,01	-	0,01	0,01
Sr	0,21	-	-	0,18

Pada Tabel 4.1 ditunjukkan hasil pengujian *X-ray fluorescence* (XRF) dari masing-masing tahap ekstraksi serbuk zirkon. Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa kadar impuritas seperti unsur Fe, Cr, Sn, Ag, Cd dan Sr hilang setelah proses seperasi menggunakan magnet permanen. Kemudian kadar Ti turun setelah proses perendaman HCl. Setelah itu perendaman NaOH dilakukan dengan tujuan untuk memisahkan kuarsa guna medapatkan serbuk zirkon dengan kemurnian

tinggi. Kuarsa dapat bereaksi dengan NaOH, namun tidak bereaksi dengan zirkon sehingga dihasilkan serbuk zirkon 100%. Hasil uji XRF menunjukkan adanya peningkatan presentase komposisi unsur zirkonium dan silikon. Dari proses ekstraksi dihasilkan serbuk zirkon murni yang selanjutnya disintesis menjadi keramik zirkon.

Pada Gambar 4.1 ditunjukkan hasil pengujian XRD dari masing-masing tahap ekstraksi serbuk zirkon. Berdasarkan analisis kualitatif, puncak-puncak yang teridentifikasi pada tahap setelah perendaman HCl adalah zirkon (ZrSiO_4) dan silika dengan struktur *quartz* (SiO_2). Kemudian pada tahap setelah pereaksian dengan NaOH puncak-puncak yang teridentifikasi merupakan puncak zirkon. Dengan hasil tersebut, maka pengujian XRF menjadi lebih kuat untuk membuktikan bahwa zirkon yang didapatkan pada proses ekstraksi sudah murni.

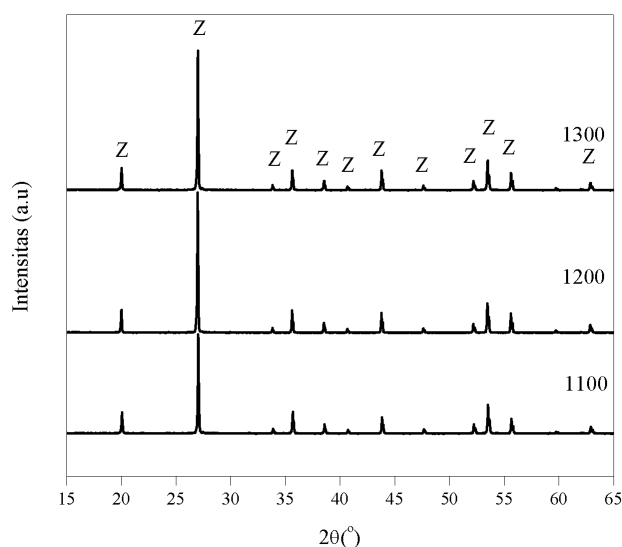


Gambar 4. 1 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $\text{CuK}\alpha$) dari sampel Ekstraksi Pasir Zirkon (Muwwaqor, 2016), (Nurlaila, 2016), (Lestari, 2017)

4.2. Analisis Fasa Keramik Zirkon

Pola-pola difraksi sinar-X keramik-keramik zirkon tanpa *sintering agent* (ZO) ditunjukkan pada Gambar 4.2. Keramik-keramik zirkon ini disintesis dari serbuk zirkon yang proses sintesisnya dilaporkan pada Sub-bagian 4.1. Analisis kualitatif dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi sampel dengan database

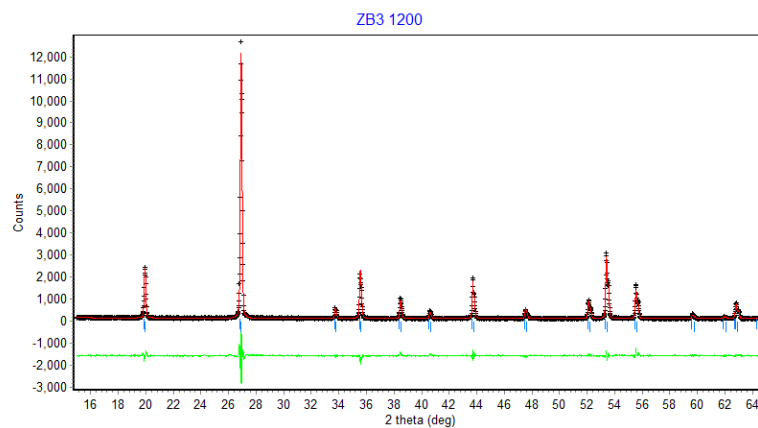
model melalui aplikasi *Match!* untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam sampel. Kemudian analisis komposisi fasa dilakukan dengan menggunakan metode penghalusan Rietveld melalui perangkat lunak *Rietica* dengan luaran ditunjukkan pada Tabel 4.2. Salah satu contoh hasil penghalusan ditunjukkan pada Gambar 4.3. Plot pencocokan lainnya ditampilkan pada Lampiran A. Pola XRD keramik zirkon dengan penambahan B_2O_3 , V_2O_5 dan Bi_2O_3 berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 4.4, 4.5, dan 4.6.



Gambar 4. 2 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $CuK\alpha$) Keramik Zirkon tanpa Penambahan Sintering Agent yang disinter pada Temperatur 1100 °C, 1200 °C, 1300 °C

Berdasarkan analisis kualitatif, keramik Z0, ZB, dan ZV pada temperatur 1100 °C, 1200 °C, dan 1300 °C mengandung fasa tunggal, yaitu zirkon [No. PDF 9582]. Sedangkan pada keramik ZBi disinter 1100 °C dan 1200 °C terbentuk fasa tunggal zirkon, namun pada temperatur 1300 °C teridentifikasi fasa zirkon dan zirkonia tetragonal [No.PDF 1525706]. Komposisi fasa keramik ZBi pada temperatur sinter 1300 °C yaitu 99,98 mol% zirkon dan 0,02 mol% zirkonia tetragonal untuk ZBi3; 99,96 mol% zirkon dan 0,04 mol% zirkonia tetragonal untuk ZBi6; 99,79 mol% zirkon dan 0,21 mol% zirkonia tetragonal. Penambahan Bi_2O_3 cenderung meningkatkan konsentrasi zirkonia tetragonal, meskipun hanya dengan nilai maksimum 0,21% mol.

Keberadaan zirkonia tetragonal seharusnya diikuti dengan keberadaan fasa lain dalam sampel, namun pola difraksi tidak menunjukkan adanya puncak-puncak fasa lain. Meskipun demikian, pola-pola XRD mengindikasikan adanya fasa “amorf” pada sampel ZBi3, ZBi6, ZBi9 yang disinter pada temperatur 1300 °C. Hal ini dapat diketahui dari pola XRD yang cenderung “berpunuk” pada sudut 2θ 27-35°. Fasa amorf yang terbentuk diduga berasal dari silika amorf, karena zirkon dapat terdekomposisi menjadi zirkonia dan silika pada temperatur di atas 1600 °C (Kaiser et al., 2008). Pada penelitian ini teramati bahwa penambahan *sintering agent* dapat menurunkan temperatur dekomposisi suatu material.

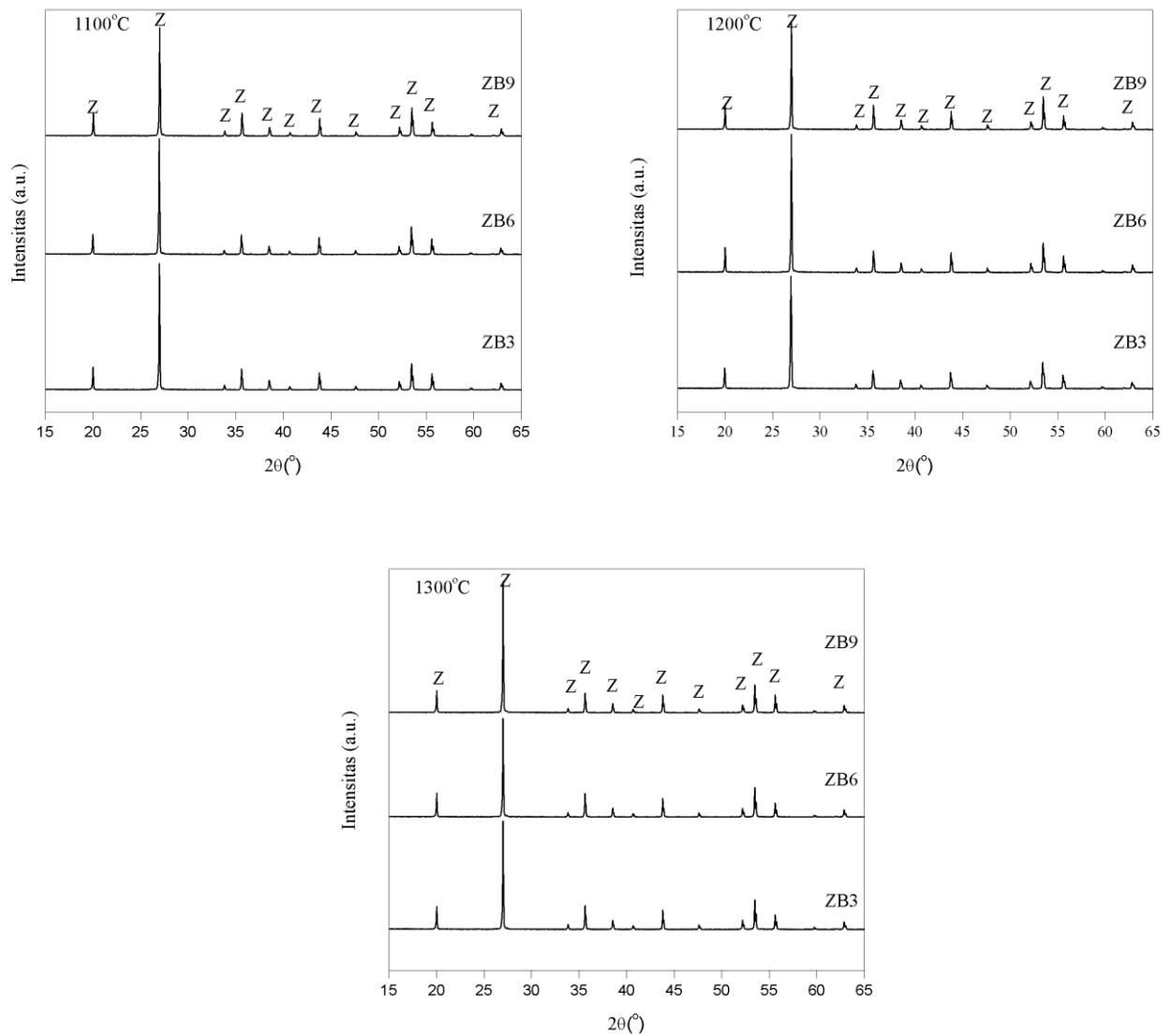


Gambar 4.3 Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Keramik ZB3 dengan Temperatur Sinter 1200°C

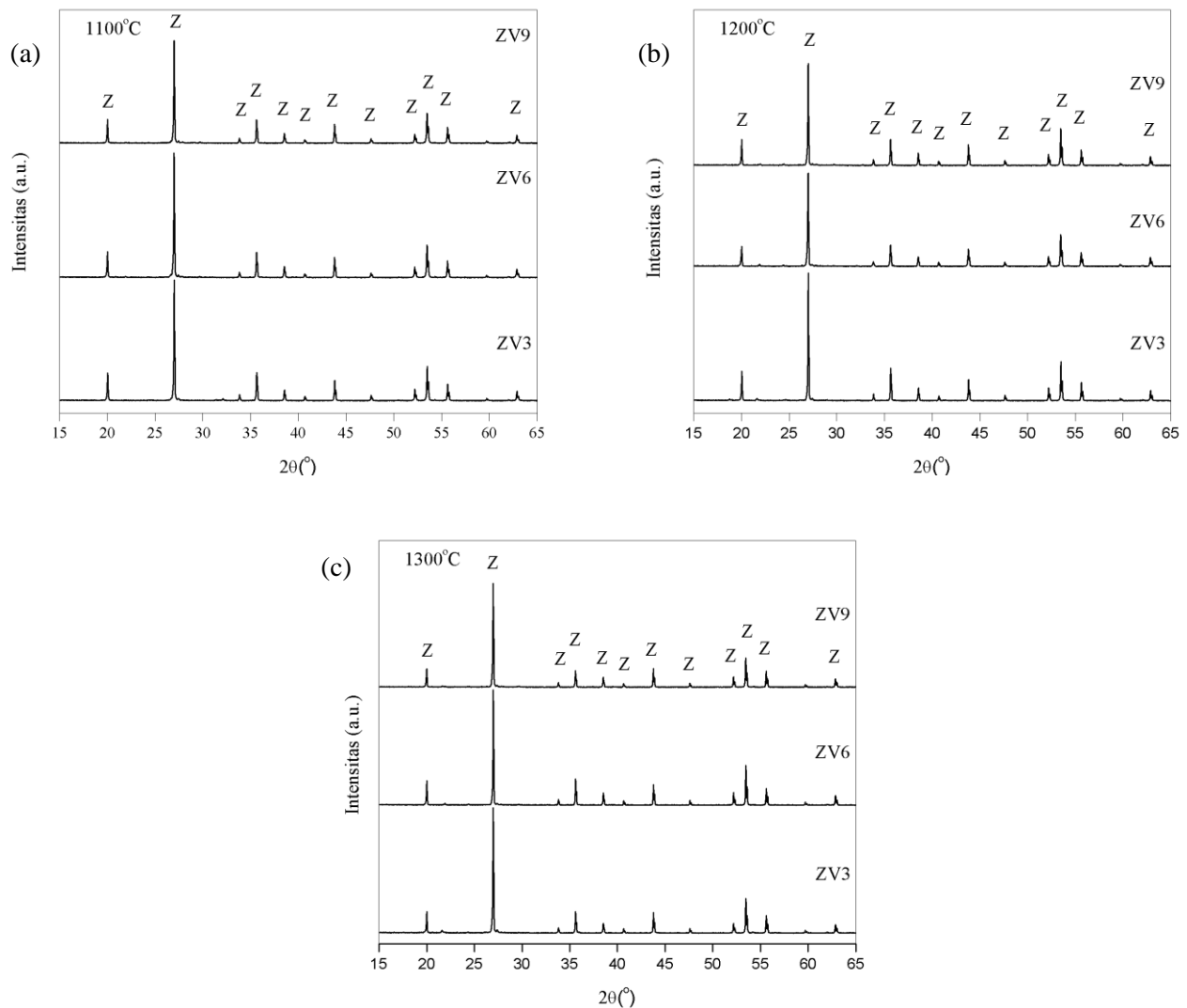
Zhang (2004) melaporkan, penambahan $\text{ZnO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (ZBS) sebagai *sintering agent* menyebabkan keramik ZnTiO_3 terdekomposisi menjadi dua fasa, yaitu Zn_2TiO_4 kubik dan rutil pada temperatur di atas 900 °C (Zhang et al., 2004). Temperatur tersebut lebih rendah dari temperatur dekomposisi ZnTiO_3 yaitu pada 950 ° (Kim et al., 1999). Diduga hal ini juga berlaku sama dengan penambahan Bi_2O_3 pada keramik ZrSiO_4 yang terdekomposisi menjadi dua fasa, yaitu ZrSiO_4 dan ZrO_2 tetragonal pada temperatur 1300 °C.

Untuk mengetahui komposisi fasa kristalin dan amorf pada keramik ZBi, perlu dilakukan analisis derajat kristalinitas (Fauziah, 2016). Analisis derajat kristalinitas dilakukan menggunakan *software Match!2* dengan memanfaatkan nilai *background radiation* untuk mengetahui pengaruh fasa amorfus terhadap

pola XRD. Adapun fraksi berat “fasa amorf” pada sampel-sampel MBi3, MBi6, dan MBi9, berturut-turut adalah 1,04%; 2,79% dan 3,09%. Bertambahnya fraksi berat fasa amorf ini seiring dengan bertambahnya fraksi berat zirkonia tetragonal.



Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi CuK α) Keramik Zirkon dengan Penambahan *Sintering Agent* B₂O₃ yang Disinter pada Temperatur (a)1100 °C (b)1200 °C (c)1300 °C



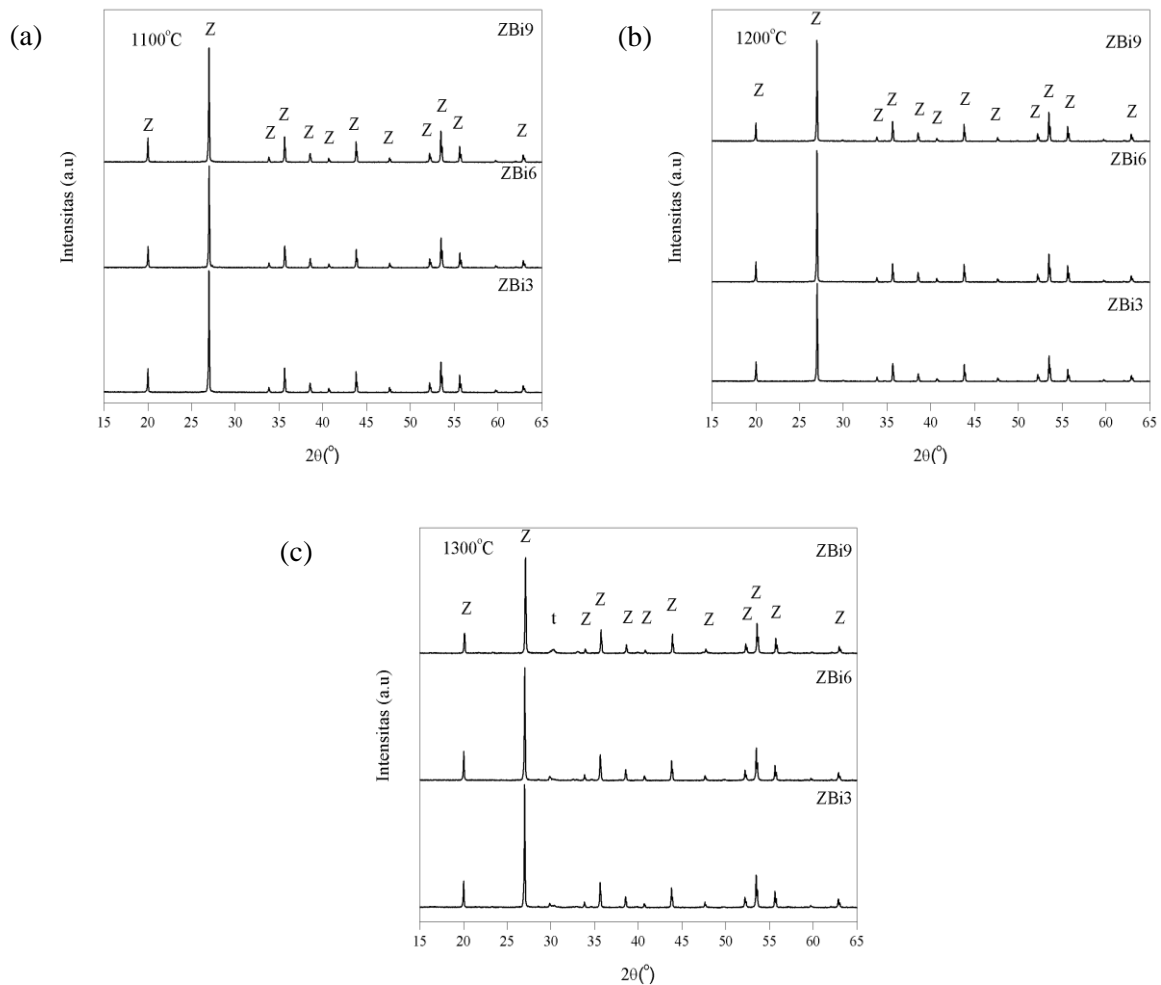
Gambar 4.5 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi CuK α) Keramik Zirkon dengan Penambahan *Sintering Agent* V₂O₅ yang Disinter pada Temperatur (a)1100 °C (b)1200 °C (c)1300 °C

4.3. Densitas dan Porositas Keramik Zirkon

Pengujian dengan densimeter elektronik dilakukan untuk mengetahui densitas *bulk* dan porositas keramik yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 4.3. Perhitungan porositas keramik menggunakan Persamaan 3.1.

Secara umum, nilai porositas semua keramik Z0, ZB, ZV mengalami penurunan seiring bertambahnya temperatur. Pada keramik ZB, penambahan 3 dan 6 wt.% menurunkan porositas keramik, namun pada komposisi 9 wt.% porositas meningkat kembali. Keramik ZB mendapat tambahan sintering agent

B_2O_3 (boron) yang memiliki titik leleh 480 °C. Saat proses sinter pada temperatur 1100 °C boron sudah meleleh. Melelehnya boron dapat mengisi rongga di antara butiran zirkon (Yang dan Cheng, 1999). Hal ini sesuai dengan penelitian Pratapa (2017), bahwa penambahan B_2O_3 dapat menurunkan porositas keramik forsterit hingga 0,3% (Pratapa et al., 2017).



Gambar 4.6 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $CuK\alpha$) Keramik Zirkon dengan Penambahan *Sintering Agent* Bi_2O_3 yang Disinter pada Temperatur (a)1100 °C (b)1200 °C (c)1300 °C

Sedangkan pada keramik ZV, penambahan *sintering agent* justru meningkatkan porositas keramik. Penambahan vanadat pada keramik ZV terlalu banyak, sehingga dapat merusak sifat keramik. Berdasarkan penelitian sebelumnya, densifikasi terbaik untuk proses sinter CaO terjadi pada penambahan V_2O_5 sebesar 4 wt.% (Ghosh et al., 2004) selain itu penambahan 1 wt.% vanadat

merupakan komposisi optimum untuk mencapai densitas terbaik pada keramik NdAlO_3 (Huang and Chen, 2003). Pada penelitian keramik zirkon ini, penambahan vanadat sebesar 3 wt.% merupakan komposisi yang optimum untuk memperoleh densitas yang terbaik.

Tabel 4.2 Komposisi Fasa Keramik Z0, ZB, ZV dan ZBi

Sampel	Komposisi Fasa	
	Zirkon	Zirkonia tetragonal
1100° C	Z 0	100
	ZB 3	100
	ZB 6	100
	ZB 9	100
	ZV 3	100
	ZV 6	100
	ZV 9	100
	ZBi 3	100
	ZBi 6	100
	ZBi 9	100
1200° C	Z 0	100
	ZB 3	100
	ZB 6	100
	ZB 9	100
	ZV 3	100
	ZV 6	100
	ZV 9	100
	ZBi 3	100
	ZBi 6	100
	ZBi 9	100
1300° C	Z 0	100
	ZB 3	100
	ZB 6	100
	ZB 9	100
	ZV 3	100
	ZV 6	100
	ZV 9	100
	ZBi 3	99,98
	ZBi 6	99,96
	ZBi 9	99,79

Penambahan *sintering agent* pada keramik ZBi menurunkan porositas keramik, meskipun nilai porositas masih lebih tinggi dibandingkan keramik ZB. Bi_2O_3 memiliki titik leleh tertinggi yaitu 813 °C (Patnaik, 2003). Hal ini kemungkinan terjadi karena pada proses sinter, saat butir zirkon sudah mulai memasuki tahapan *necking*, Bi_2O_3 belum mulai meleleh. Akibatnya partikel Bi_2O_3

justru terdesak ke permukaan, sehingga pengisian fasa cairan pada pori-pori di antara butir zirkon tidak optimal.

Tabel 4.3 Densitas dan Porositas Keramik Z0, ZB, ZV dan ZBi

Sampel	Densitas bulk (g/cm ³)	Porositas (%)
1100° C	Z 0	4,08
	ZB 3	4,16
	ZB 6	4,19
	ZB 9	4,07
	ZV 3	4,10
	ZV 6	4,03
	ZV 9	3,95
	ZBi 3	3,95
	ZBi 6	3,99
	ZBi 9	4,15
1200° C	Z 0	4,15
	ZB 3	4,18
	ZB 6	4,19
	ZB 9	4,14
	ZV 3	4,17
	ZV 6	4,06
	ZV 9	4,04
	ZBi 3	4,02
	ZBi 6	4,12
	ZBi 9	4,16
1300° C	Z 0	4,17
	ZB 3	4,19
	ZB 6	4,24
	ZB 9	4,17
	ZV 3	4,19
	ZV 6	4,19
	ZV 9	4,13
	ZBi 3	4,17
	ZBi 6	4,17
	ZBi 9	4,20

Dengan demikian dapat ditarik kesimpulan bahwa sintering agent yang tepat digunakan untuk keramik zirkon adalah B₂O₃ dengan komposisi sebesar 6wt.%. Densitas maksimum dihasilkan pada temperatur 1300 °C, yaitu 4,24 g/cm³.

4.4. Kekerasan Keramik Z0 dan ZB

Pengujian kekerasan keramik ZB dilakukan dengan Metode Vickers. Nilai kekerasan keramik ZB ditunjukkan pada Tabel 4.4. Dari hasil yang didapat, kekerasan keramik ZB meningkat seiring bertambahnya temperatur dan komposisi B_2O_3 sebagai *sintering agent*. Semakin tinggi temperatur sinter, semakin keras pula kekerasan yang dihasilkan. Nilai kekerasan keramik meningkat pula setelah ditambah B_2O_3 dengan komposisi 3 dan 6 wt.%. Pada komposisi 9 wt.% B_2O_3 , nilai kekerasan menurun kembali, seperti yang terjadi pada nilai densitas.

Nilai kekerasan maksimum yang dihasilkan yaitu 2,26 GPa. Kekerasan maksimum ini diperoleh dari penambahan B_2O_3 sebesar 6 wt.% dan proses sinter pada 1300 °C. Nilai kekerasan ini lebih rendah daripada nilai kekerasan zirkon yaitu 8,5 GPa. Salah satu hal yang menyebabkan keramik zirkon pada penelitian ini memiliki kekerasan yang rendah yaitu adanya fasa amorf dari *sintering agent* (Suárez et al., 2015). Keberadaan fasa amorf dapat mengurangi kekerasan suatu material (Kulikovsky et al., 2008). Fasa amorf dapat memperlemah ikatan antar butir zirkon.

Tabel 4.4 Kekerasan Keramik Z0 dan ZB

Sampel		Kekerasan Vickers (GPa)
1100°C	Z 0	1,24
	ZB 3	1,71
	ZB 6	2,04
	ZB 9	1,11
1200°C	Z 0	1,99
	ZB 3	1,97
	ZB 6	2,23
	ZB 9	2,00
1300°C	Z 0	1,99
	ZB 3	2,01
	ZB 6	2,26
	ZB 9	2,17

4.5. Mikrografi Keramik Zirkon

Analisis mikrografi keramik dilakukan dengan SEM (mode *Secondary Electron*) untuk melihat mikrografi penampang melintang keramik seperti pada

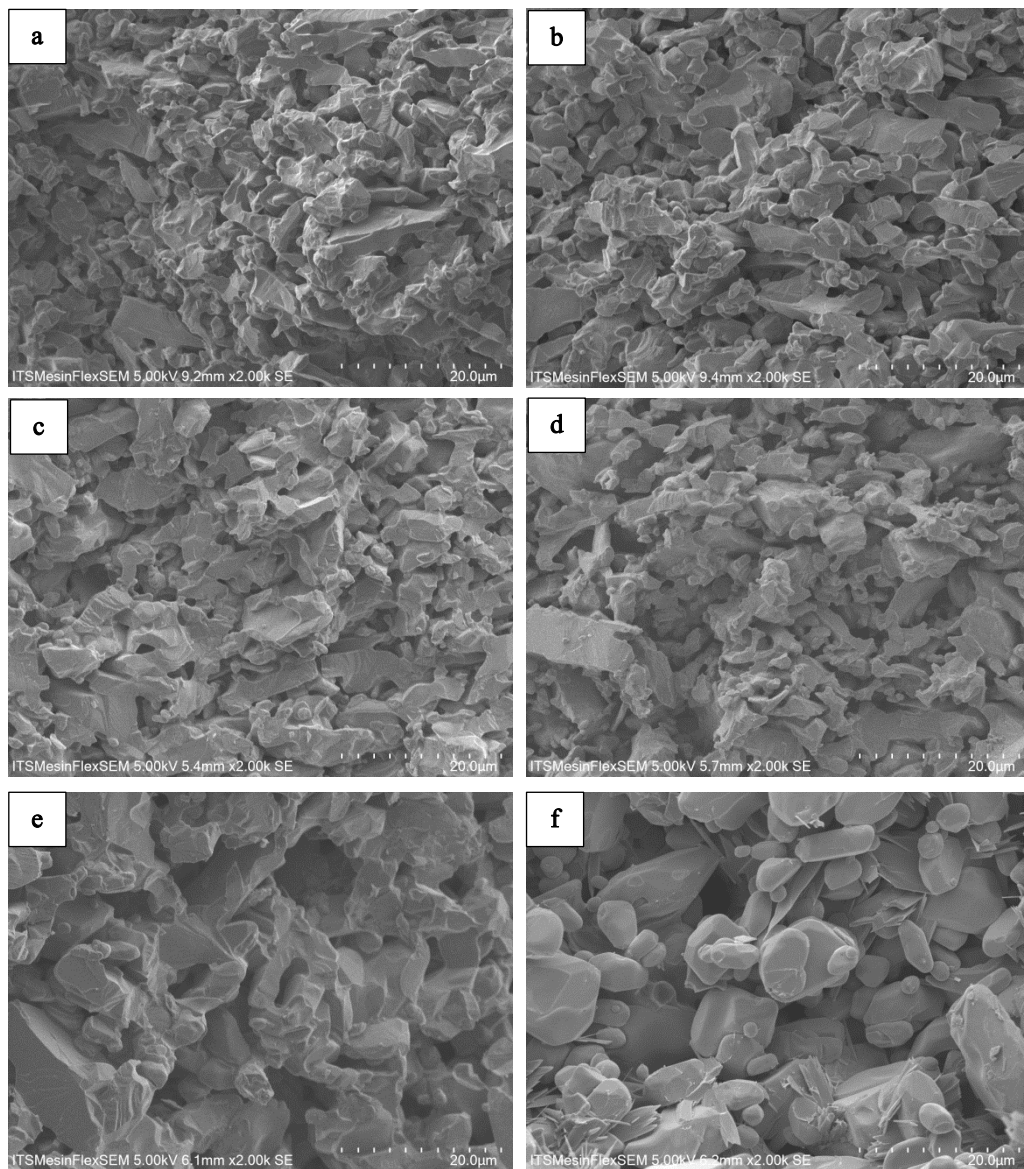
Gambar 4.7. Densifikasi belum tergambar secara jelas, karena tidak dapat diidentifikasi perbedaan butir zirkon dan *sintering agent*. Selain itu, dari hasil pengukuran densitas diperoleh densitas keramik sampel terpilih pada rentang 4,08 hingga 4,24 g/cm³ sehingga tidak terlihat perbedaan porositas pada keramik.

Dari hasil ini yang dapat diamati adalah ukuran butir zirkon. Pada gambar 4.7a ditunjukkan mikrografi keramik Z0 1100. Ukuran partikel terlihat lebih kecil dibanding Z0 1300 (gambar 4.7b). Hal ini terjadi karena secara umum perlakuan temperatur pada suatu material dapat menyebabkan pertambahan panjang atau volume pada material tersebut.

Adanya penambahan B₂O₃ tidak berpengaruh pada perubahan ukuran butir zirkon (gambar 4.7c dan 4.7d). Namun, pada Gambar 4.7d ditunjukkan mikrografi keramik ZB9 1300. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa ukuran partikel tidak homogen. Kemungkinan hal ini menyebabkan timbulnya retak pada sampel (Nurlaila, 2016). Sehingga nilai densitas keramik ZB9 1300 lebih rendah dibandingkan dengan keramik ZB6 1300.

Mikrografi keramik ZBi6 1300 ditunjukkan oleh Gambar 4.7e. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa keramik ini memiliki poros yang relatif besar yang letaknya berada di dalam suatu partikel. Dalam penelitian terdahulu, keramik jenis ini disebut memiliki porositas tertutup (Gu et al., 1999). Adanya porositas ini menyebabkan nilai densitas keramik ZBi6 1300 lebih rendah dibanding dengan ZB6 1300.

Pada gambar 4.7f ditunjukkan mikrografi keramik dengan penambahan V₂O₅. Ukuran butir keramik ZV paling besar daripada yang lain, yaitu sekitar 10µm. Menurut Chamberlain (2004), ukuran butir dapat mempengaruhi sifat mekanik suatu bahan. Semakin kecil ukuran butir, maka semakin baik pula sifat mekanik suatu bahan (Chamberlain et al., 2004). Hal ini mendukung nilai densitas keramik ZV yang nilainya paling rendah diantara yang lain. Bahkan semakin tinggi komposisi V₂O₅ yang ditambahkan, justru nilai densitasnya menurun.



Gambar 4.7 Citra SEM mode SE *fractured surface* keramik-keramik (a)Z0 1100 (b)Z0 1300 (c)ZB6 1300 (d)ZB9 1300 (e)ZBi6 1300 (f)ZV6 1300

4.6. Diskusi

Pada penelitian ini, bahan dasar serbuk zirkon diperoleh dari ekstraksi pasir puya daerah Kereng Pangi Kalimantan Tengah. Berdasarkan hasil uji XRF yang ditunjukkan pada Tabel 4.1, pasir puya mengandung 59,40% zirkonium (Zr) dan 33,41% silikon (Si). Karena adanya dua unsur tersebut, maka pasir puya dapat dijadikan bahan dasar pembuatan keramik zirkon dengan target utama didapatkan

serbuk zirkon (ZrSiO_4). Namun pada pasir puya masih terdapat unsur lain seperti Ti (5,59%), Hf (0,83%), Fe (0,30%), Cr (0,21%), Y (0,19%) dan Sr (0,21%). Oleh sebab itu perlu dilakukan proses ekstraksi agar diperoleh serbuk zirkon dengan kemurnian yang tinggi.

Zirkon merupakan mineral non-magnetik, oleh sebab itu unsur pengotor magnetik dapat direduksi dengan proses separasi magnet. Setelah proses ini unsur Fe tidak teridentifikasi lagi, kemudian tahapan dilanjutkan dengan proses penggilingan yang bertujuan meningkatkan kereaktifan partikel. Proses penggilingan dapat mereduksi ukuran partikel, sehingga luas permukaan kontak antar partikel semakin besar sehingga memudahkan dalam proses pelarutan. Proses ekstraksi dilanjutkan dengan perendaman HCl kemudian perendaman termal dengan NaOH. Hasil XRF setelah proses tersebut menunjukkan peningkatan kandungan unsur Zr dari 76,22 wt.% menjadi 80,99 wt.%. Kenaikan tersebut diiringi dengan penurunan kandungan unsur Si dari 19,4 wt.% menjadi 14,6 wt.%.

Pola XRD pasir puya sebelum dan sesudah ekstraksi ditunjukkan Gambar 4.1. Berdasarkan analisis kualitatif, setelah proses separasi magnet dan perendaman HCl, puncak tertinggi yang muncul teridentifikasi sebagai puncak senyawa zirkon (ZrSiO_4) dan silika (SiO_2) dengan struktur kuarsa (*quartz*). Setelah proses perendaman NaOH, puncak yang teridentifikasi hanya puncak-puncak senyawa zirkon. Hal ini memperkuat hasil XRF yang menunjukkan kandungan zirkon setelah proses ekstraksi cukup tinggi. Sehingga sampel tersebut dapat dibentuk menjadi keramik padat zirkon.

Keramik padat zirkon dibentuk tanpa (Z0) dan dengan penambahan *sintering agent* yaitu B_2O_3 (ZB), V_2O_5 (ZV) dan Bi_2O_3 (ZBi). Pencampuran *sintering agent* dilakukan dengan menggunakan *planetary ball milling*. Sinter dilakukan pada temperatur 1100, 1200, dan 1300 °C untuk masing-masing komposisi. Pola XRD keramik padat Z0 ditampilkan pada Gambar 4.2. Sedangkan pola XRD keramik ZB, ZV dan ZBi ditampilkan berturut-turut pada Gambar 4.4, 4.5, dan 4.6. Intesitas keramik Z0 bervariasi terhadap temperatur sinter. Semakin tinggi temperatur sinter semakin tinggi intensitas puncak difraksi fasa zirkon yang dihasilkan. Hal ini berarti kristalinitas keramik juga semakin

besar (Nurlaila, 2016). Puncak tertinggi keramik zirkon terletak pada sudut 2θ 27° dengan bidang hkl [020]. Hasil ini sesuai dengan penelitian Puclin (1995) bahwa puncak difraksi tertinggi pada bidang hkl [200] (Puclin et al., 1995).

Dari hasil analisis XRD hanya ada satu fasa yang teridentifikasi pada keramik padat Z0, ZB, dan ZV, yaitu zirkon pada temperatur 1100°C , 1200°C , maupun 1300°C . Sedangkan pada keramik ZBi, ada dua fasa teridentifikasi pada temperatur 1300°C yaitu zirkon dan zirkonia tetragonal. Pada temperatur 1100°C dan 1200°C , hasil XRD keramik ZBi teridentifikasi fasa tunggal zirkon.

Zirkonia merupakan fasa yang terbentuk akibat adanya dekomposisi zirkon. Dekomposisi merupakan pemecahan senyawa kimia menjadi komponen-komponennya yang lebih sederhana, proses ini membutuhkan energi yang pada umumnya disebabkan oleh pengaruh termal (E. Curtis and G. Sowman, 1953). Pada penelitian terdahulu, zirkon murni terurai dalam keadaan padat pada temperatur 1676°C , memunculkan fasa senyawa zirkonia tetragonal dan kristobalit (Butterman and Foster, 1967). Dekomposisi zirkon dituliskan seperti Persamaan 4.1 (Kaiser et al., 2008).



Pavlik (2001) melaporkan bahwa, akan terbentuk fasa zirkonia tetragonal di atas temperatur 1173°C , sedangkan di bawah temperatur tersebut akan terbentuk fasa zirkonia monoklinik (Pavlik Jr. and Holland, 2001). Pada penelitian ini keramik zirkon dengan Bi_2O_3 yang disinter pada temperatur 1300°C diketahui terdekomposisi membentuk fasa zirkonia tetragonal. Meskipun didinginkan kembali, zirkonia tetragonal tidak berubah menjadi zirkonia monoklinik. Hal ini disebabkan perubahan fasa akan terjadi jika pendinginan dilakukan secara cepat (*quenching*) (McPherson et al., 1985). Sedangkan pada penelitian ini, setelah proses sinter dengan waktu tahan lima jam, pendinginan dilakukan dengan lambat.

Komposisi zirkonia tetragonal yang teridentifikasi pada keramik ZBi dengan temperatur sinter 1300°C meningkat seiring bertambahnya komposisi Bi_2O_3 . Dalam penelitian ini diduga peranan lain Bi_2O_3 yaitu menurunkan

temperatur dekomposisi. Kaiser (2008) melaporkan tidak ada indikasi dekomposisi zirkon di bawah temperatur 1600 °C jika bahan yang dipakai 100% zirkon (Kaiser et al., 2008). Pada penelitian ini keramik zirkon tanpa tambahan bahan *sintering agent* diketahui tidak terdekomposisi pada temperatur sinter 1300 °C.

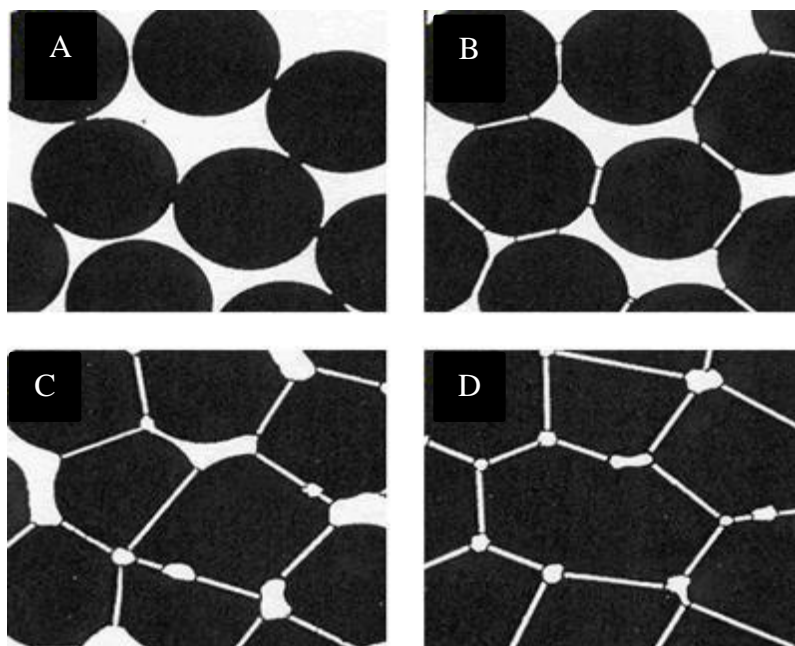
Untuk memastikan bahwa dekomposisi benar-benar terjadi, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut. Untuk itu perlu dilihat kembali pola karakterisasi XRD keramik ZBi 1300. Informasi puncak-puncak tajam yang diperoleh dari karakterisasi XRD menunjukkan struktur kristalin, sedangkan struktur amorf diperlihatkan oleh adanya puncak-puncak yang melebar (Alexander and Klug, 1950). Pola XRD pada penelitian ini, puncak silika tidak muncul. Namun pada daerah di antara 25 dan 35 °2θ terlihat adanya ‘punuk’, hal ini mengindikasikan bahwa ada kemungkinan silika berstruktur amorf (Nurbaiti et al., 2017).

Material padat dapat diklasifikasikan berdasarkan keteraturan atom penyusunnya. Material kristalin memiliki ketereaturan atom-atom penyusunnya, sedangkan yang bukan kristalin disebut material amorf (Callister and Rethwisch, 2010). Untuk mengetahui perbandingan komposisi fasa kristalin dan amorf pada keramik ZBi, perlu dilakukan analisis derajat kristalinitas (Fauziah, 2016). Analisis derajat kristalinitas dilakukan menggunakan *software Match!2* dengan memanfaatkan nilai *background radiation*. Adapun nilai derajat kristalinitas yang didapat dari analisis ini yaitu ZBi3 1300 1,04%; ZBi6 1300 2,79% dan ZBi9 1300 3,09%. Dari hasil analisis derajat kristalinitas, diketahui bahwa penambahan Bi₂O₃ dengan temperatur sinter 1300 °C dapat menurunkan kristalinitas keramik ZBi 1300.

Karakteristik densitas dan porositas diukur dengan densimeter elektronik yang prinsip kerjanya menerapkan prinsip Archimedes. Adapun nilai densitas dan porositas masing-masing keramik dapat dilihat pada Tabel 4.3. Berdasarkan analisis tersebut dapat diketahui bahwa secara umum nilai porositas keramik zirkon mengalami penurunan ketika temperatur sinter dinaikkan. Pada temperatur tinggi densifikasi pada proses pembentukan keramik akan lebih optimal. Hal ini terjadi karena pada saat proses sinter terjadi difusi volum antar butir yang mendukung proses densifikasi (Rahaman, 2003). Difusi ini menyebabkan ikatan

antar partikel terjadi lebih mudah. Selain itu pada proses sinter terjadi pula rekonstruksi partikel yang dapat menghilangkan atau mengurangi pori-pori yang ada di antara partikel-partikel. Perubahan mikrostruktur saat proses sinter dapat dilihat pada model sinter oleh Tokita (1999) pada Gambar 4.8 (Tokita,1999).

B_2O_3 (boron oksida) memiliki titik leleh $480\text{ }^{\circ}C$ (Wang dkk, 2009), sehingga saat proses sinter pada temperatur $1100\text{ }^{\circ}C$ boron oksida sudah meleleh. Fase cair dari boron oksida dapat mengisi rongga di antara butiran zirkon (Yang and Cheng, 1999), sehingga dapat mereduksi porositas yang berakibat proses densifikasi meningkat pada temperatur yang lebih rendah. Penambahan B_2O_3 memberikan pengaruh yang besar terhadap proses pemadatan, hal ini dibuktikan dengan kenaikan nilai densitas serta penurunan porositas.



Gambar 4.8 Perubahan Mikrostruktur Bahan Selama Proses Sinter (a) Sebelum Proses Sinter (b) Awal Proses Sinter (c) Pertengahan Proses Sinter (d) Akhir Proses Sinter (Tokita, 1999)

Penambahan V_2O_5 (vanadat) menghasilkan nilai densitas keramik zirkon yang lebih rendah daripada keramik ZB. Pada penelitian ini, densitas yang dihasilkan oleh penambahan vanadat sebesar 3 wt.% menunjukkan nilai yang lebih tinggi daripada keramik ZO pada setiap varian temperatur sinter.

Penambahan vanadat dapat membantu proses sinter akibat pembentukan fasa cair dan juga memfasilitasi transfer massa (Ghosh et al., 2004). Namun pada penambahan 6 dan 9 wt.% justru meningkatkan porositas keramik zirkon. Ghosh et al. (2004) melaporkan, densifikasi terbaik untuk proses sinter CaO terjadi pada penambahan V_2O_5 sebesar 4 wt.%. Sedangkan Huang dan Chen (2003) melaporkan bahwa penambahan 1 wt.% vanadat merupakan komposisi optimum untuk mencapai densitas terbaik pada keramik $NdAlO_3$ (Huang and Chen, 2003).

Di antara ketiga *sintering agent*, Bi_2O_3 memiliki titik leleh tertinggi yaitu 813 °C (Patnaik, 2003). Densitas yang dihasilkan pada keramik ZBi meningkat seiring bertambahnya temperatur dan bertambahnya komposisi Bi_2O_3 . Namun nilainya tidak lebih tinggi daripada densitas keramik ZB. Hal ini kemungkinan terjadi pada proses sinter, saat butir zirkon sudah mulai memasuki tahapan *necking*, *sintering agent* belum mulai meleleh. Akibatnya partikel Bi_2O_3 justru terdesak ke permukaan, sehingga pengisian pori-pori di antar butir zirkon tidak optimal. Di samping itu penurunan derajat kristalinitas berakibat berkurangnya densitas suatu material karena mobilitas molekul fasa amorf lebih tinggi (Sumartono et al., 2015). Jadi, keberadaan fasa amorf menyebabkan densitas maksimum keramik zirkon ZBi sebesar 4,20 g/cm³.

Berdasarkan hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan dari aspek jenis *sintering agent*, B_2O_3 merupakan senyawa paling efektif yang dapat digunakan untuk menghasilkan keramik zirkon dengan densitas yang tinggi. Hal ini disebabkan karena titik leleh B_2O_3 yang rendah, sehingga pengisian pori-pori antar partikel zirkon oleh *liquid phase* lebih maksimal (Yang and Cheng, 1999) sebelum terjadi *necking*. Selanjutnya, komposisi B_2O_3 yang paling efektif yaitu 6 wt.%, sedangkan penambahan hingga 9 wt.% justru menyebabkan adanya penurunan densitas. Sementara itu, temperatur yang paling efektif digunakan yaitu 1300 °C.

Nilai kekerasan keramik dipengaruhi oleh sifat fisis dari sampel keramik yang telah dibentuk (Suarez, 2015). Salah satu sifat fisis keramik yang berpengaruh adalah densitas dan porositas pada keramik. Berkurangnya nilai densitas atau bertambahnya nilai porositas berarti bertambah pula ruang kosong pada keramik, sehingga keramik akan lebih rapuh. Hal ini sesuai dengan hasil

penelitian bahwa densitas yang menurun pada ZB9 menghasilkan nilai kekerasan yang menurun pula.

Analisis SEM pada Gambar 4.7 belum dapat mengkonfirmasi keberhasilan densifikasi akibat adanya penambahan *sintering agent*. Dari hasil tersebut dapat diketahui pengaruh temperatur, jenis *sintering agent*, serta komposisi *sintering agent* terhadap ukuran butir keramik zirkon.

Pada gambar 4.7a ditunjukkan mikrografi keramik Z0 1100 dengan ukuran partikel yang lebih kecil dibanding Z0 1300 (gambar 4.7b). Dengan membandingkan dua gambar tersebut, dapat diketahui bahwa perlakuan temperatur pada suatu material dapat menyebabkan pertambahan panjang atau volume pada material tersebut.

Penambahan B_2O_3 tidak berpengaruh pada perubahan ukuran butir zirkon (gambar 4.7c dan 4.7d), begitu juga dengan ukuran butir keramik ZBi (gambar 4.7e). Namun, pada keramik ZBi6 1300 terlihat adanya porositas yang lebih besar daripada keramik ZB. Hal ini disebabkan karena pertumbuhan leher yang terus menerus selama proses sinter hingga menyebabkan pori-pori tertutup dan menyisakan pori yang terisolasi di dalam partikel yang telah memadat (Gu et al., 1999). Karena titik leleh Bi_2O_3 tinggi, selama proses *necking* belum meleleh sepenuhnya mengisi pori-pori sehingga menghasilkan porositas tertutup seperti yang terlihat pada Gambar 4.7e.

Pengaruh penambahan V_2O_5 terhadap ukuran butir zirkon ditunjukkan pada gambar 4.7f. Ukuran butir keramik ZV paling besar daripada yang lain, yaitu sekitar $10\mu m$. Menurut Chamberlain (2004), ukuran butir dapat mempengaruhi sifat mekanik suatu bahan. Semakin kecil ukuran butir, maka semakin baik pula sifat mekanik suatu bahan (Chamberlain et al., 2004). Dengan demikian kesimpulan bahwa jenis *sintering agent* yang paling efektif untuk membentuk keramik zirkon dengan densitas yang tinggi adalah B_2O_3 telah terbukti.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, didapatkan beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil sintesis keramik zirkon tanpa *sintering agent* teridentifikasi fasa tunggal zirkon pada temperatur 1100-1300 °C. Nilai densitas keramik tertinggi adalah 4,17 g/cm² dan porositas terendah 10,66 % pada temperatur sinter 1300 °C.
2. Penambahan *sintering agent* tidak berpengaruh terhadap perubahan fasa keramik zirkon kecuali pada penambahan Bi₂O₃ pada 1300 °C menyebabkan dekomposisi fasa zirkon sehingga menghasilkan fasa zirkonia tetragonal dan silika amorf.
3. B₂O₃ merupakan *sintering agent* yang paling efektif untuk sintesis keramik zirkon dengan densitas relatif 90,97%. Jumlah yang dibutuhkan adalah 6 wt.% dengan temperatur sinter 1300 °C.
4. Penambahan *sintering agent* dapat menghasilkan fasa amorf, sehingga kekerasan keramik maksimal yang diperoleh adalah 2,26 GPa.
5. Penambahan B₂O₃ dan Bi₂O₃ tidak berpengaruh terhadap ukuran butir zirkon, sedangkan penambahan V₂O₅ mempercepat laju pertumbuhan ukuran butir zirkon.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian ini, disarankan untuk penelitian lebih lanjut dilakukan beberapa hal berikut:

1. Sintesis keramik zirkon dengan metode sinter tanpa penggunaan tungku konvensional agar proses densifikasi lebih optimal.
2. Pengukuran penyusutan (*shrinkage*) bahan dapat dilakukan dengan mengukur dimensi sampel sebelum dan setelah disinter, sebagai data yang mendukung keberhasilan proses densifikasi.
3. Karakterisasi SEM sebaiknya menggunakan mode *Backscattered Electrons* untuk mengetahui perbedaan zirkon dan *sintering agent* pada keramik zirkon.

“halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Alexander, L., Klug, H.P., 1950. Determination of Crystallite Size with the X-Ray Spectrometer. *J. Appl. Phys.* 21, 137–142.
- Bauer, G., Güther, V., Hess, H., Otto, A., Roidl, O., Roller, H., Sattelberger, S., 2000. Vanadium and Vanadium Compounds, in: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. American Cancer Society.
- Biswas, R.K., Habib, M.A., Karmakar, A.K., Islam, M.R., 2010. A novel method for processing of Bangladeshi zircon: Part I: Baking, and fusion with NaOH. *Hydrometallurgy* 103, 124–129.
- Butterman, W.C., Foster, W.R., 1967. Zircon stability and the $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$ phase diagram. *Amer Mineral.* 52, 880–885.
- Callister, W.D., Rethwisch, D.G., 2010. *Materials Science and Engineering An Introduction*, eighth. ed. John Wiley & Sons.
- Chamberlain, A.L., Fahrenholtz, W.G., Hilmas, G.E., Ellerby, D.T., 2004. High-Strength Zirconium Diboride-Based Ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.* 87, 1170–1172.
- Coble, R.L., 1961. Sintering Crystalline Solids. II. Experimental Test of Diffusion Models in Powder Compacts. *J. Appl. Phys.* 32, 793–799.
- Du, C., Yuan, Q., Yang, Z., 1999. Lowering the synthesis temperature of zircon powder by yttria addition. *J. Mater. Sci. Lett.* 18, 965–966.
- E. Curtis, C., G. Sowman, H., 1953. Investigation of the Thermal Dissociation, Reassociation, and Synthesis of Zircon. *J. Am. Ceram. Soc.* 36, 190–198.
- Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., Kamalia, 2006. Titanium Oxide Dispersed On Natural Zeolite ($\text{TiO}_2/\text{Zeolite}$) and Its Application For Congo Red Photodegradation. *Indo J Chem* 6, 38–42.
- German, R.M., 1985. *Liquid Phase Sintering*. Springer US.
- Ghosh, A., Bhattacharya, T.K., Maiti, S., Mukherjee, B., Tripathi, H.S., Das, S.K., 2004. Densification and properties of lime with V_2O_5 additions. *Ceram. Int.* 30, 2117–2120.
- Gomez, E., Echeberria, J., Iturriza, I., Castro, F., 2004. Liquid phase sintering of SiC with additions of Y_2O_3 , Al_2O_3 and SiO_2 . *J. Eur. Ceram. Soc.* 24, 2895–2903.

- Gu, Y., Liu, X., Meng, G., Peng, D., 1999. Porous YSZ ceramics by water-based gelcasting. *Ceram. Int.* 25, 705–709.
- Hao, J., Qingfeng, Z., Ai, D., Ma, J., Deng, C., Xu, J., 2012. Structure and high temperature physical properties of glass seal materials in solid oxide electrolysis cell. *J. Power Sources* 214, 75–83.
- Huang, C.-L., Chen, Y.-C., 2003. Influence of V_2O_5 additions to $NdAlO_3$ ceramics on sintering temperature and microwave dielectric properties. *J. Eur. Ceram. Soc.* 23, 167–173.
- Huang, S., Li, Q., Wang, Z., Cheng, X., Wen, H., 2017. Effect of sintering aids on the microstructure and oxidation behavior of hot-pressed zirconium silicate ceramic. *Ceram. Int.* 43, 875–879.
- Itoh, T., 1992. Formation of polycrystalline zircon ($ZrSiO_4$) from amorphous silica and amorphous zirconia. *J. Cryst. Growth* 125, 223–228.
- Kaiser, A., Lobert, M., Telle, R., 2008. Thermal stability of zircon ($ZrSiO_4$). *J. Eur. Ceram. Soc.* 28, 2199–2211.
- Kim, H.T., Nahm, S., Byun, J.D., Kim, Y., 1999. Low-Fired $(Zn,Mg)TiO_3$ Microwave Dielectrics. *J. Am. Ceram. Soc.* 82, 3476–3480.
- Kulikovskiy, V., Vorlíček, V., Boháč, P., Stranyánek, M., Čtvrtlík, R., Kurdyumov, A., Jastrabík, L., 2008. Hardness and elastic modulus of amorphous and nanocrystalline SiC and Si films. *Surf. Coat. Technol.* 202, 1738–1745.
- Kwela, Z.N., 2001. Alkali-fusion processes for the recovery of zirconia and zirconium chemicals from zircon sand (Dissertation). University of Pretoria.
- Lee, K.B., Jung, S.H., Hong, G.P., Jo, B.R., Moo, J.S., Kang, J.B., 2008. Effect of SiO_2 , Al_2O_3 and clay addition on the sintering characteristics of zircon. *Korean J. Matter* 28, 352–356.
- Lestari, N.D., 2017. Sintesis Serbuk Nano-Zirkon Dengan Metode Penggilingan Dan Anil (Tugas Akhir). ITS, Surabaya.
- Liu, X., Gao, F., Zhao, L., Tian, C., 2007. Low-temperature sintering and phase transition of zinc titanate ceramics with V_2O_5 and B_2O_3 addition. *J. Alloys Compd.* 436, 285–289.
- Lo, S.-H., Yang, C.-F., 1998. The sintering characteristics of Bi_2O_3 added MgO - CaO - Al_2O_3 - SiO_2 glass powder. *Ceram. Int.* 24, 139–144.

- Malmros, G., Fernholt, L., Ballhausen, C.J., Ragnarsson, U., Rasmussen, S.E., Sunde, E., Sørensen, N.A., 1970. The Crystal Structure of α - Bi_2O_3 . *Acta Chem. Scand.* 24, 384–396.
- McPherson, R., Rao, R., Shafer, B.V., 1985. The reassociation of plasma dissociated zircon. *J. Mater. Sci.* 20, 2597–2602.
- Muwwaqor, N.F., 2016. Sintesis Dan Karakterisasi Sistem Keramik Padat ZrO_2 - SiO_2 dengan Metode Aktivasi Mekanik Ball Milling (Tugas Akhir). ITS, Surabaya.
- Nurbaiti, U., Darminto, Triwikantoro, Zainuri, M., Pratapa, S., 2017. Synthesis and Characterization of Silica Sand-Derived Nano-Forsterite Ceramics. *Ceram. Int.*
- Nurlaila, R., 2016. Pengaruh Penambahan B_2O_3 Pada Sintesis Sistem Keramik Padat ZrO_2 - SiO_2 Dengan Variasi Temperatur Sinter (Tesis). ITS, Surabaya.
- Pandolfelli, V.C., Rodrigues, J.A., Stevens, R., 1991. Effects of TiO_2 addition on the sintering of ZrO_2 - TiO_2 compositions and on the retention of the tetragonal phase of zirconia at room temperature. *J. Mater. Sci.* 26, 5327–5334.
- Patnaik, P., 2003. *Handbook of Inorganic Chemicals*. McGraw-Hill.
- Pavlik Jr., R.S., Holland, H.J., 2001. Thermal Decomposition of Zircon Refractories. *J Am Ceram Soc* 84, 2930–2936.
- Poernomo, H., 2012. Informasi umum zirkonia. Badan Tenaga Nukl. Nas. Pus. Teknol. Akselerator Dan Proses Bahan Yogyakarta.
- Pradhan, S.K., Sinha, M., 2005. Microstructure characterization of nanocrystalline ZrSiO_4 synthesized by ball-milling and high-temperature annealing. *J. Appl. Crystallogr.*
- Pratapa, S., 2009. Analisis data difraksi menggunakan Metode Rietveld. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Pratapa, S., Handoko, W.D., Nurbaiti, U., Mashuri, 2017. Synthesis and characterization of high-density B_2O_3 -added forsterite ceramics. *Ceram. Int.* 43, 7172–7176.
- Puclin, T., Kaczmarek, W.A., Ninham, B.W., 1995. Mechanochemical processing of ZrSiO_4 . *Mater. Chem. Phys.* 40, 73–81.

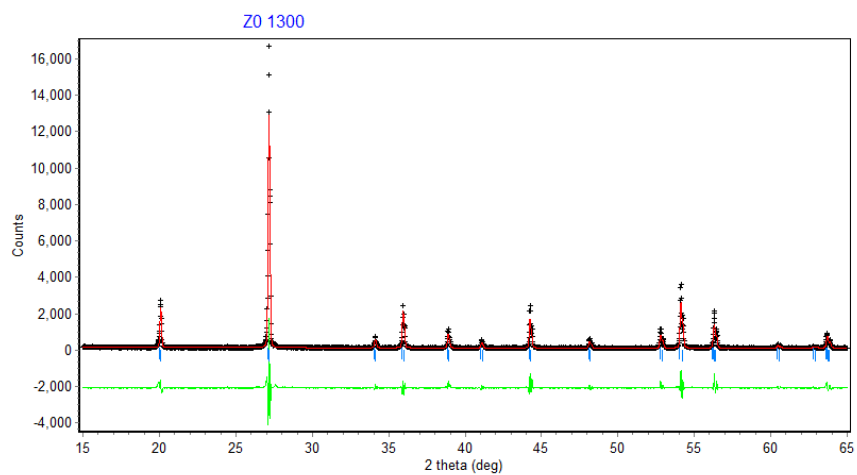
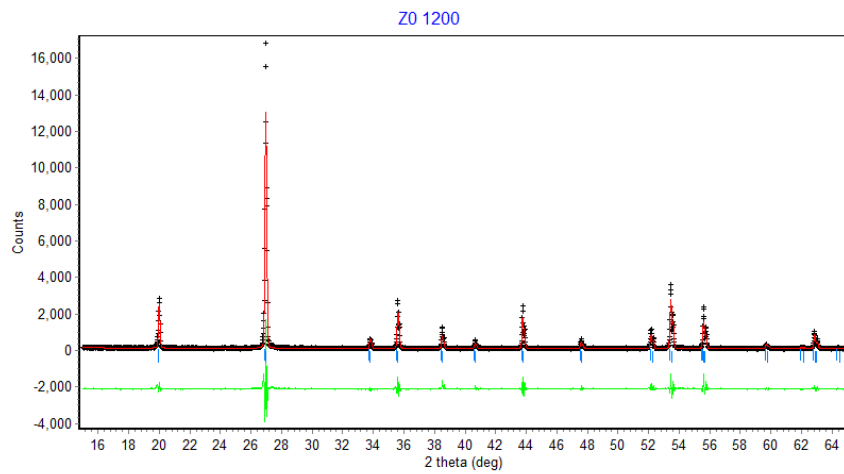
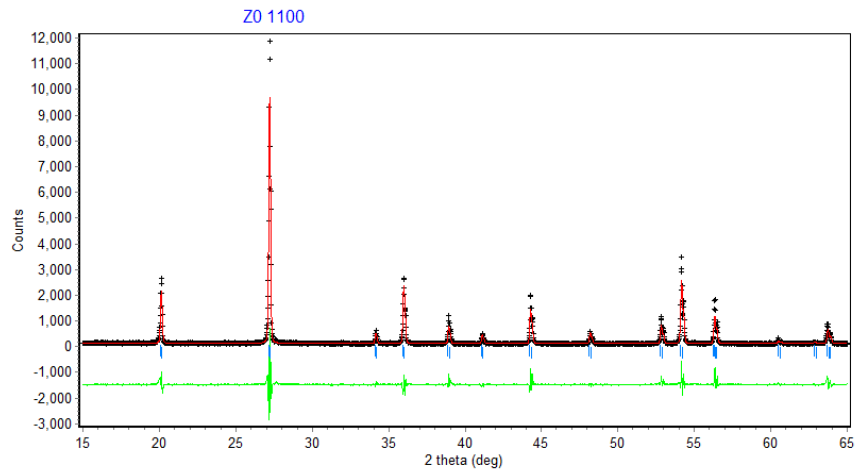
- Puthenkovilakam, R., Carter, E.A., Chang, J.P., 2004. First-principles exploration of alternative gate dielectrics: Electronic structure of $\text{ZrO}_2\text{-Si}$ and $\text{ZrSiO}_4\text{-Si}$ interfaces. *Phys. Rev. B* 69, 155329.
- Rahaman, M.N., 2003. *Ceramic Processing and Sintering*. CRC Press.
- Rendtorff, N.M., Grasso, S., Hu, C., Suarez, G., Aglietti, E.F., Sakka, Y., 2012. Zircon–zirconia ($\text{ZrSiO}_4\text{-ZrO}_2$) dense ceramic composites by spark plasma sintering. *J. Eur. Ceram. Soc.* 32, 787–793.
- Roque-Malherbe, R.M.A., 2010. *The Physical Chemistry of Materials: Energy and Environmental Applications*. Taylor & Francis Group, United States of America.
- Shklover, V., Haibach, T., Ried, F., Nesper, R., Novák, P., 1996. Crystal Structure of the Product of Mg_2 Insertion into V_2O_5 Single Crystals. *J. Solid State Chem.* 123, 317–323.
- Singh, D., Zhu, D., Zhou, Y., 2010. *Design, Development, and Applications of Engineering Ceramics and Composites*. John Wiley & Sons.
- Srikanth, S., Devi, V.L., Kumar, R., 2016. Unfolding the complexities of mechanical activation assisted alkali leaching of zircon (ZrSiO_4). *Hydrometallurgy, SI: IC-LGO 2015* 165, 125–136.
- Suárez, G., Acevedo, S., Rendtorff, N.M., Garrido, L.B., Aglietti, E.F., 2015. Colloidal processing, sintering and mechanical properties of zircon (ZrSiO_4). *Ceram. Int.* 41, 1015–1021.
- Sujatno, A., Salam, R., Bandriana, Dimiyati, A., 2015. Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *J. Forum Nukl.* 9(2), 44–50.
- Sumartono, N.W., Handayani, F., Desiriana, R., Novitasari, W., Hulfa, D.S., 2015. Sintesis Dan Karakterisasi Bioplastik Berbasis Alang-Alang (*Imperata Cylindrica*(L.)) Dengan Penambahan Kitosan, Gliserol, Dan Asam Oleat. *Pelita* X(2).
- Veytizou, C., Quinson, J.-F., Douy, A., 2000. Sol–gel synthesis via an aqueous semi-alkoxide route and characterization of zircon powders. *J. Mater. Chem.* 10, 365–370.
- Weast, R.C., 1981. *CRC Handbook of Chemistry and Physics* 62nd Edition 1981-1982, 62nd edition. ed. CRC PRESS INC @, Boca Raton, Fla.

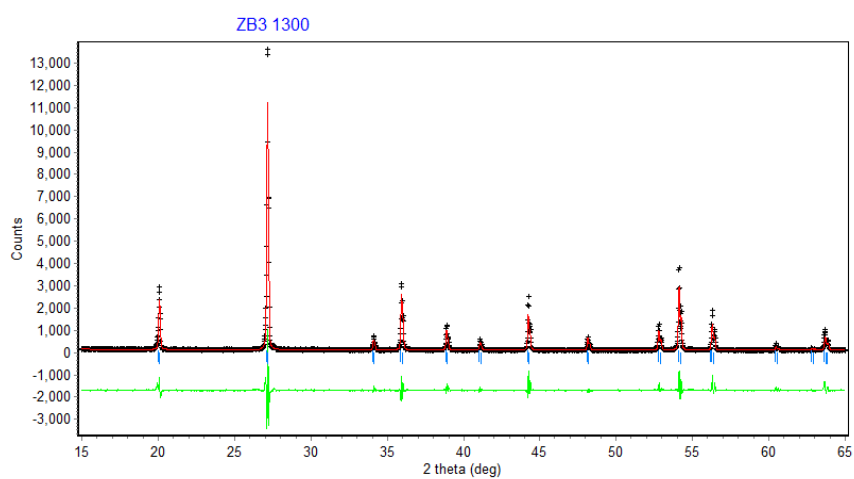
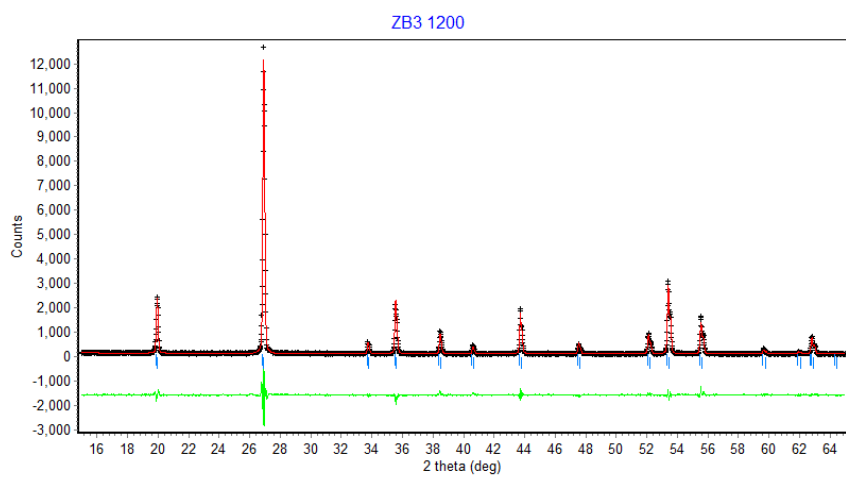
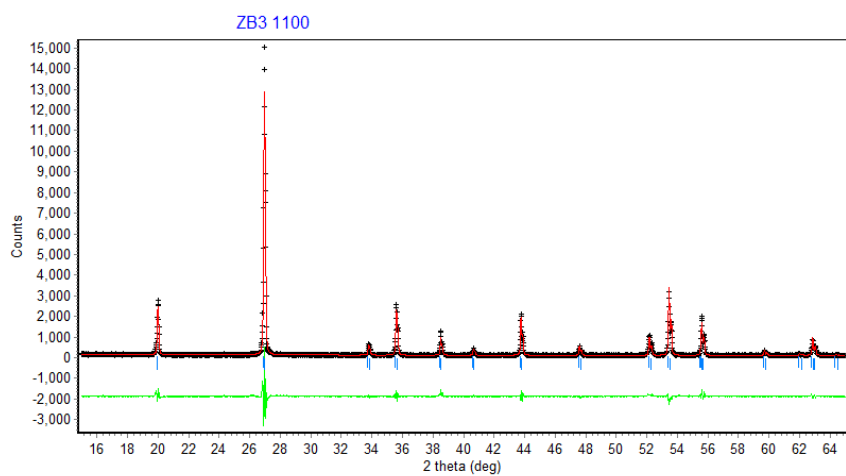
- Williamson, J.P.H., 1991. Zircon, in: Brook, R. (Ed.), *Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials*. Pergamon, Oxford, p. 525.
- Wismogroho, A.S., 2013. Pengembangan Dilatometer Untuk Analisa Karakteristik Sintering Magnet Berbasis Ferrite. *Pros. Pertem. Ilm. XXVII HFI Jateng DIY* 40–43.
- Yang, C.-F., Cheng, C.-M., 1999. The influence of B₂O₃ on the sintering of MgO–CaO–Al₂O₃–SiO₂ composite glass powder. *Ceram. Int.* 25, 383–387.
- Ying, S., Xiaoxian, H., Dongsheng, Y., 1994. Effect of natural zircon powder as seeds on the gel synthesis of zircon powder. *Mater. Lett.* 21, 79–83.
- Zhang, Q.L., Yang, H., Zou, J.L., Wang, H.P., 2004. Sintering and microwave dielectric properties of LTCC-zinc titanate multilayers. *Mater. Lett.* 59, 880–884.

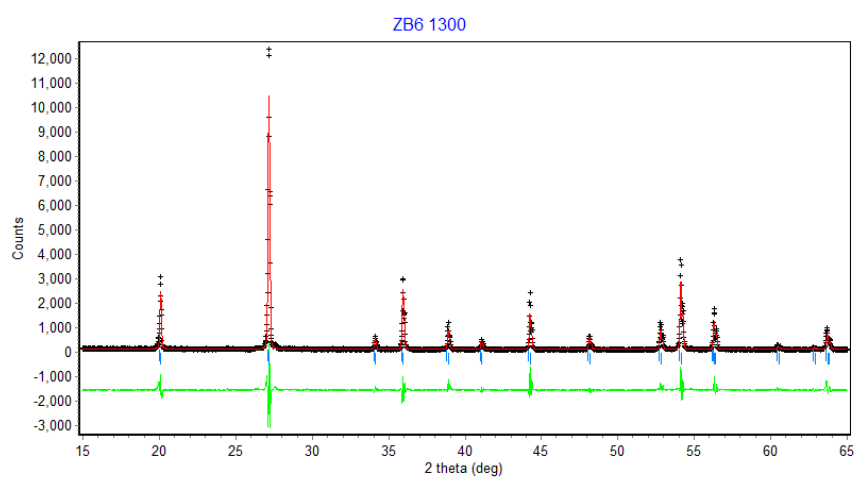
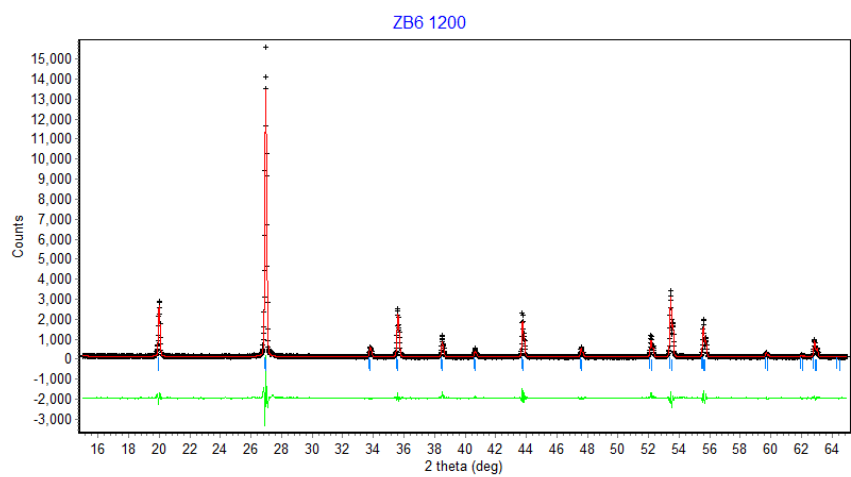
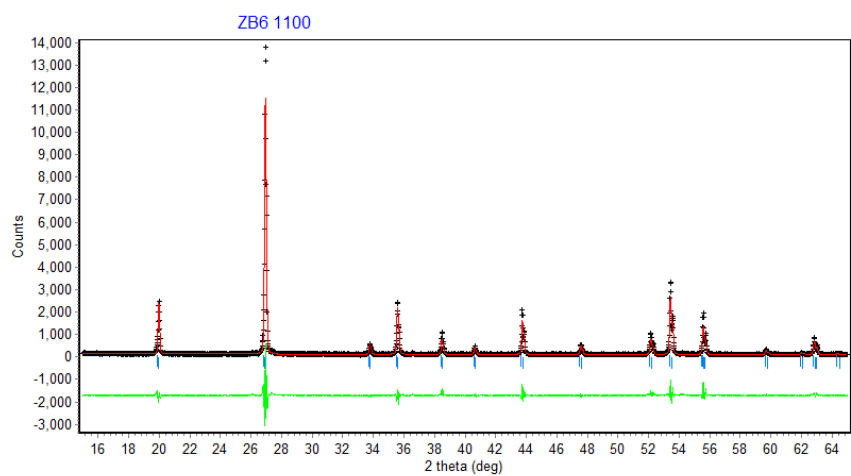
“halaman ini sengaja dikosongkan”

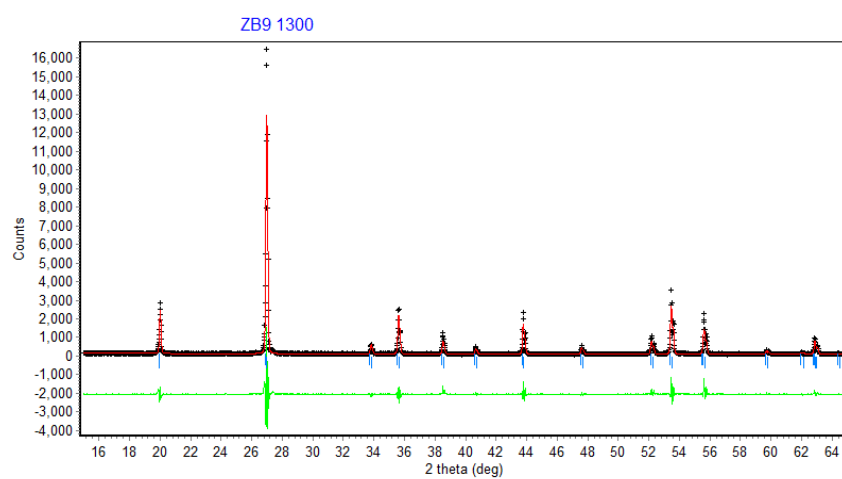
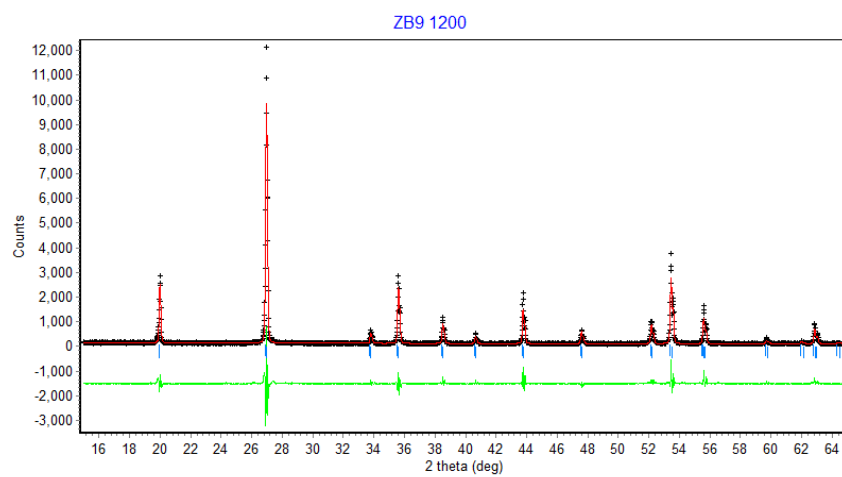
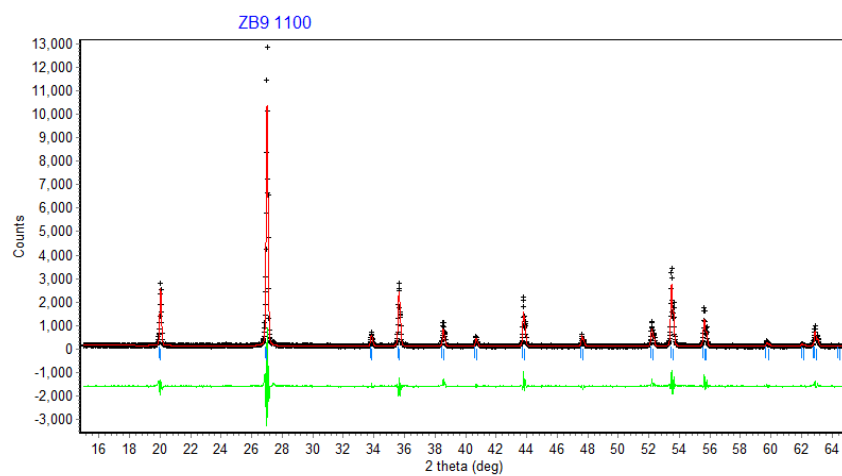
LAMPIRAN A

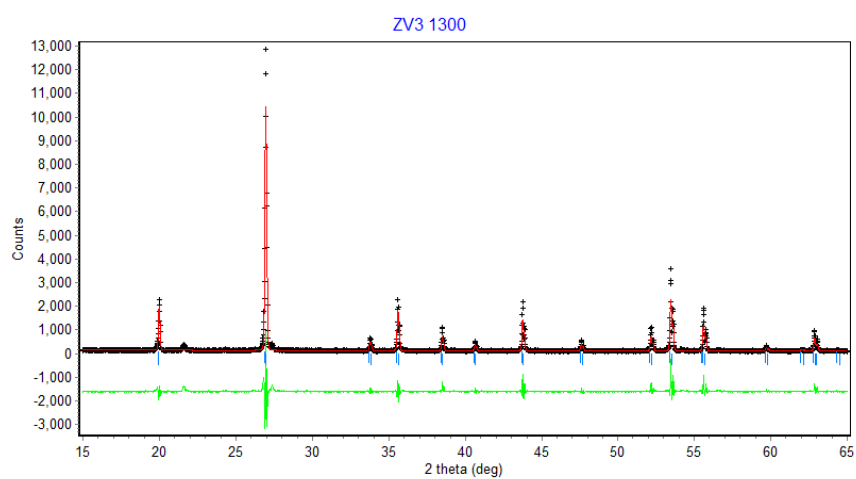
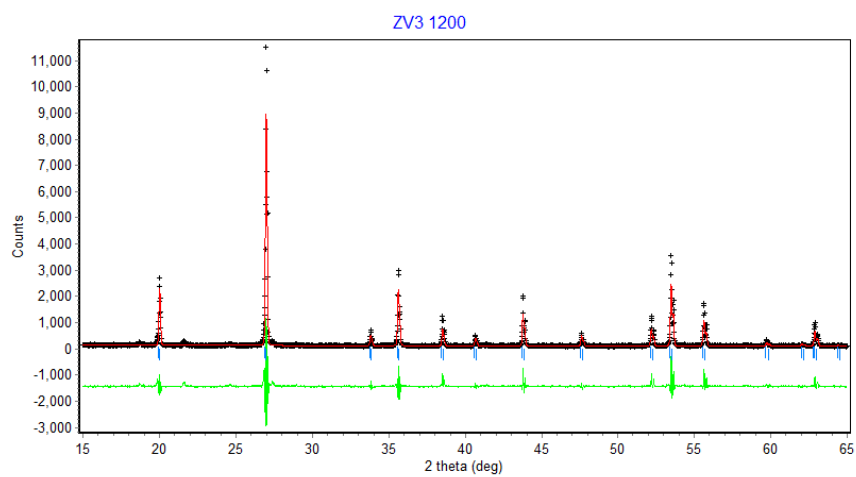
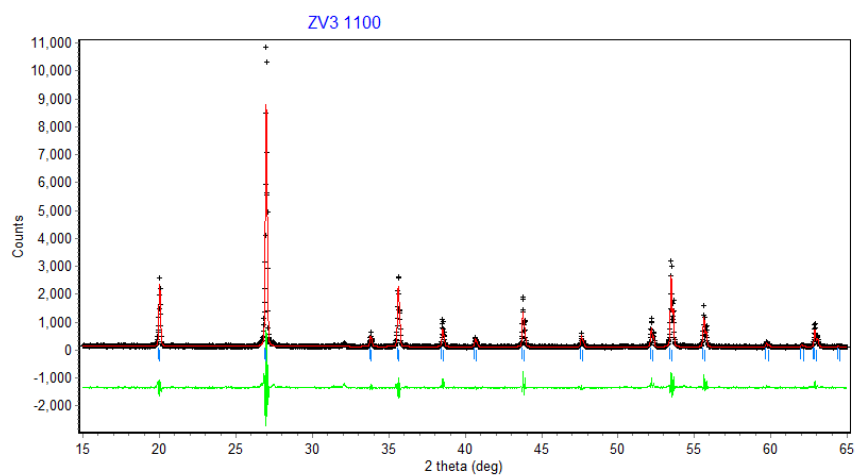
Plot XRD Hasil Analisis Rietica



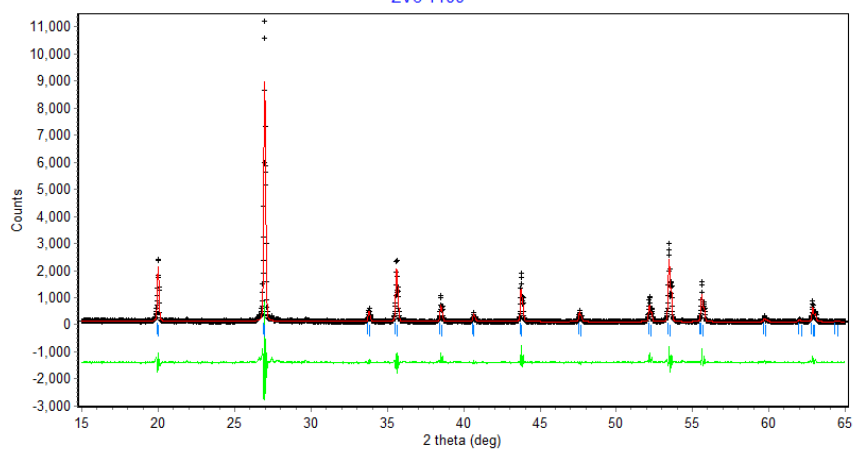




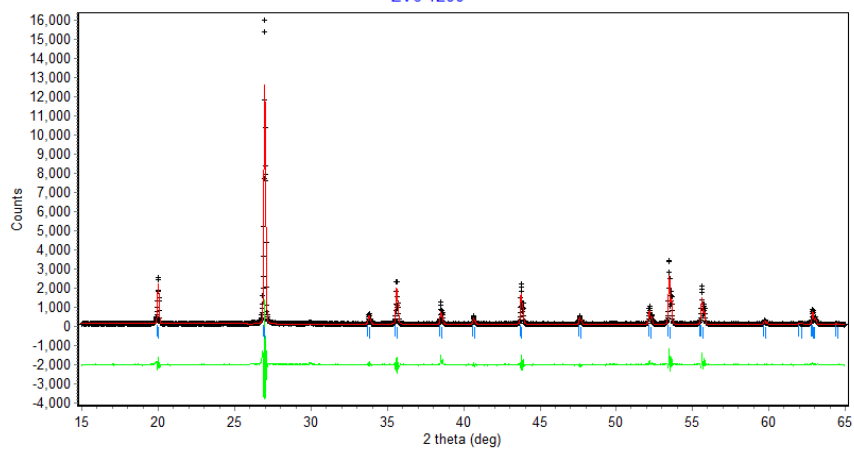




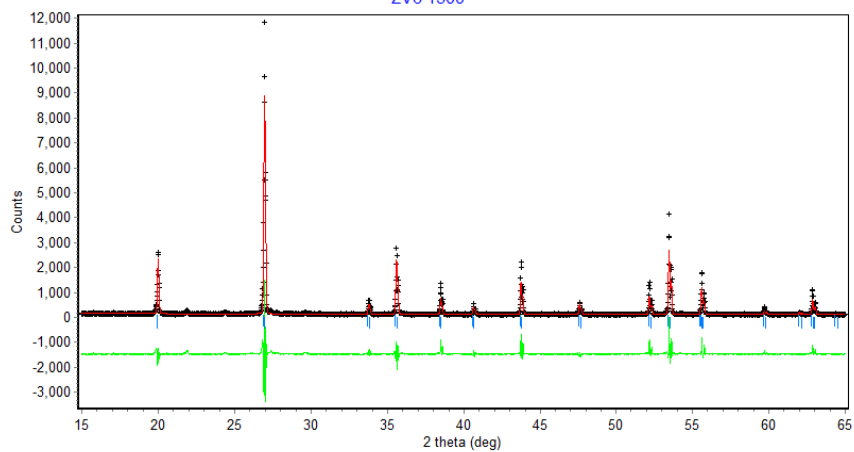
ZV6 1100

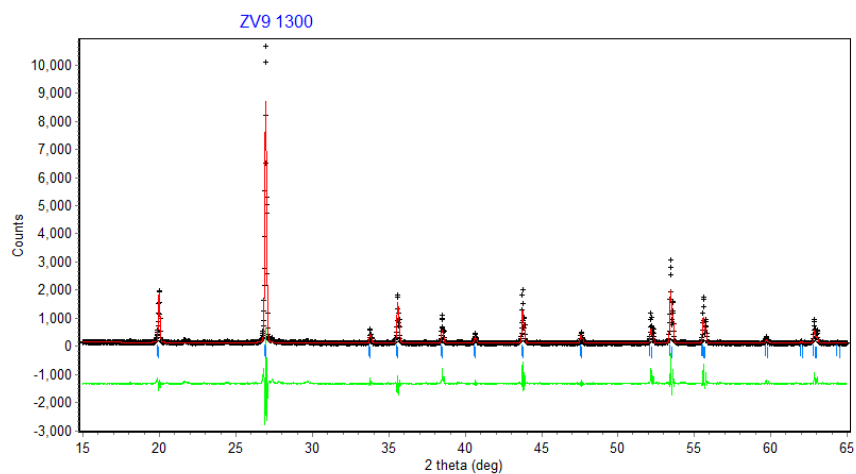
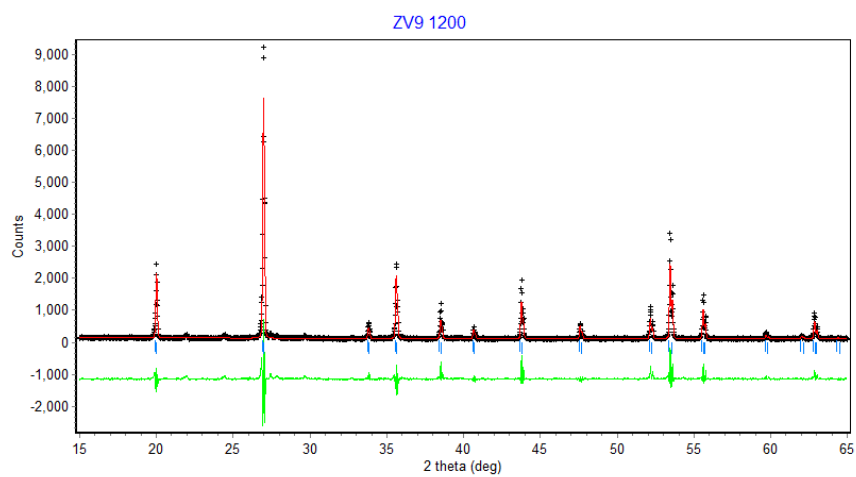
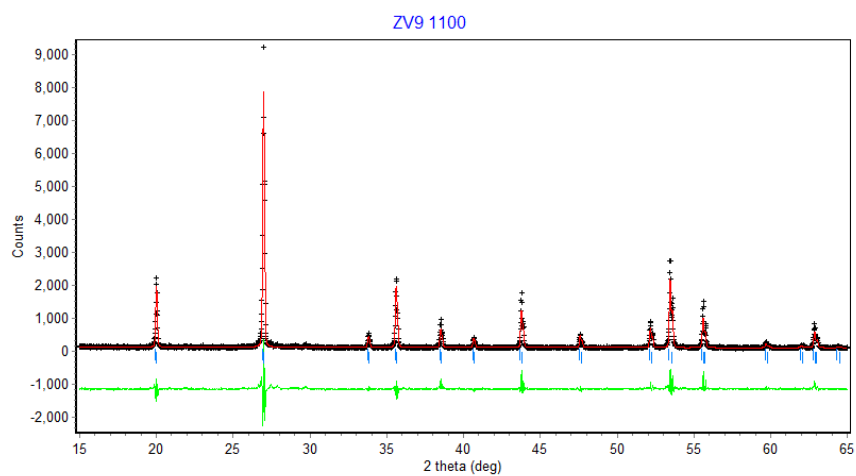


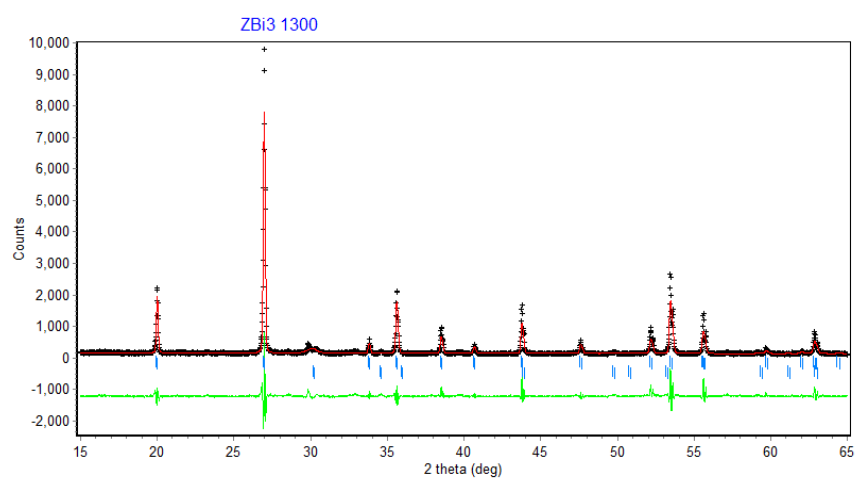
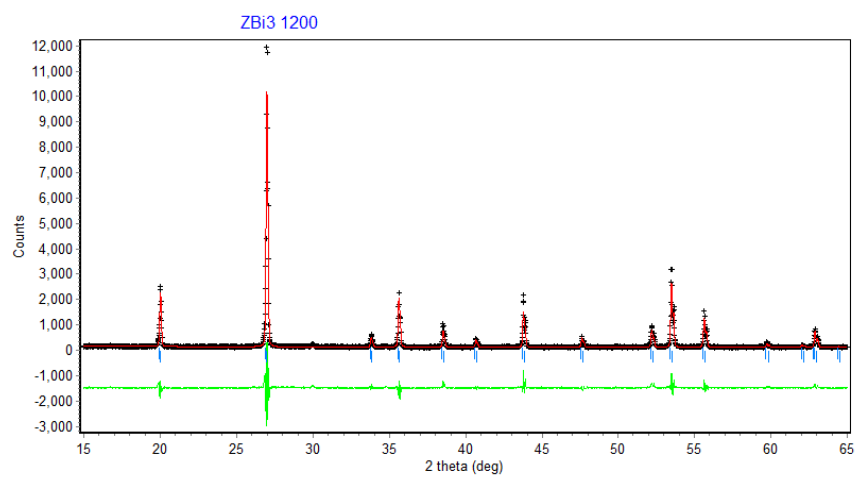
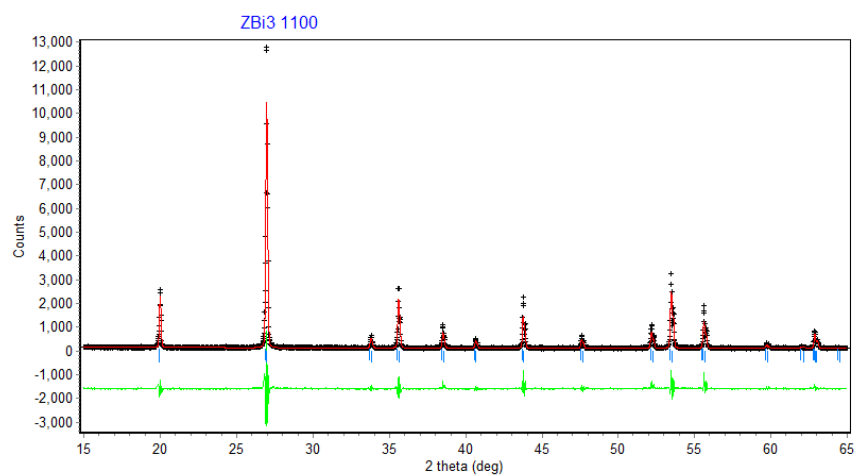
ZV6 1200

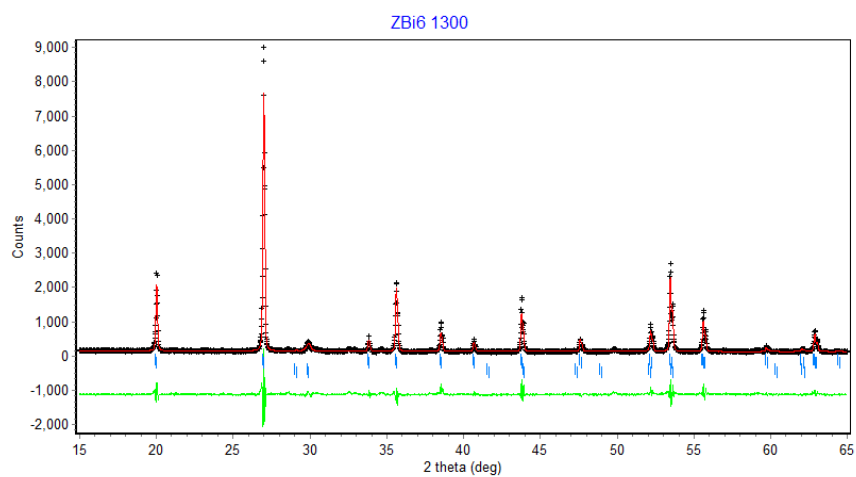
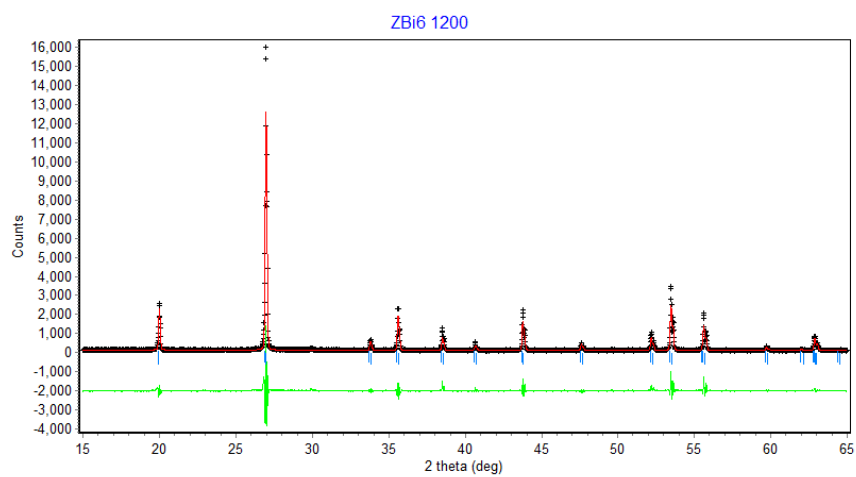
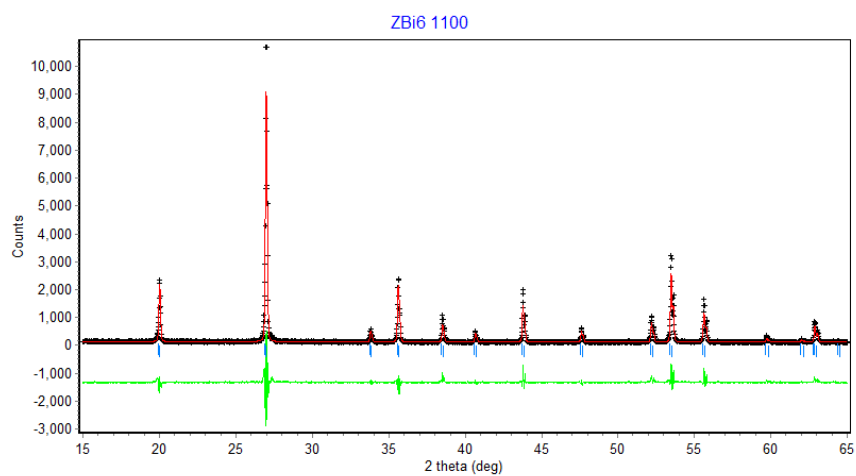


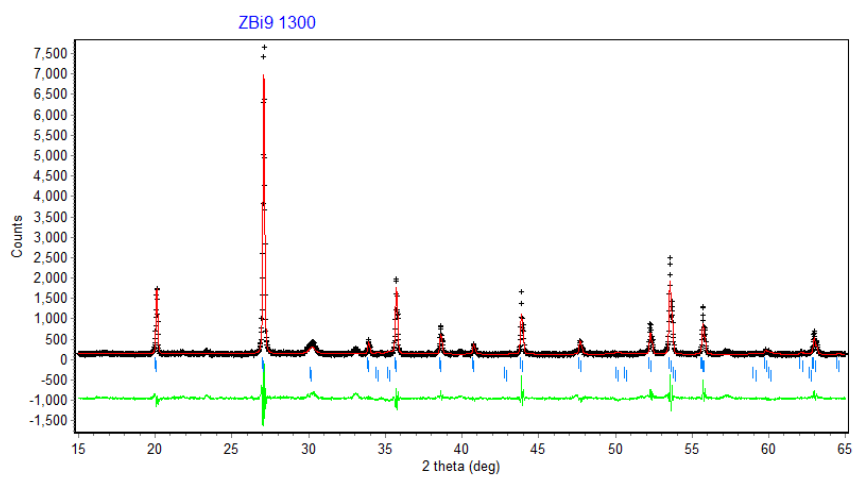
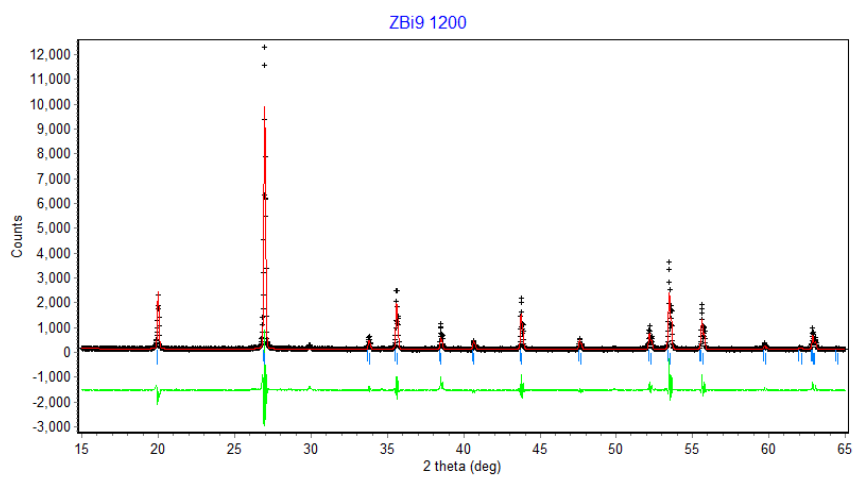
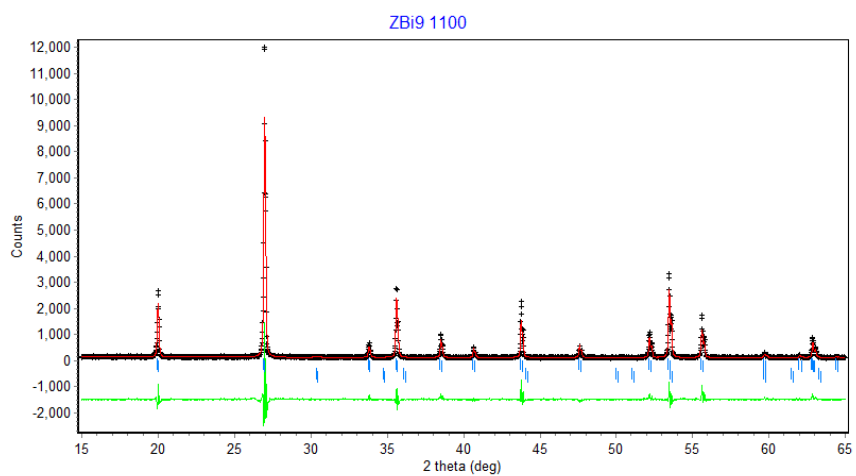
ZV6 1300











LAMPIRAN B

LUARAN ANALISIS RIETICA

No	Sampel	Parameter Kisi (Å)		Volume Sel (Å ³)	Densitas	GoF	Rp	Rwp	Rexp	R-Bragg
		a=b	c							
1	ZO 1100	6.509110 ± 0.000197	5.893016 ± 0.000215	249.678314 ± 0.014025	4.874	5.066	12.26	15.70	6.98	5.19
2	ZO 1200	6.603112 ± 0.000195	5.979841 ± 0.000223	260.728394 ± 0.014592	4.668	4.310	11.97	15.23	7.34	5.71
3	ZO 1300	6.508327 ± 0.000207	5.893437 ± 0.000240	249.636108 ± 0.015157	4.875	6.600	13.61	17.21	13.61	5.37
4	ZB3 1100	6.603315 ± 0.000115	5.979636 ± 0.000115	260.734680 ± 0.009004	4.668	3.181	9.54	12.00	6.73	3.74
5	ZB3 1200	6.605253 ± 0.000131	5.981557 ± 0.000149	260.971497 ± 0.009764	4.663	2.485	8.45	10.73	6.81	2.96
6	ZB3 1300	6.509540 ± 0.000183	5.893846 ± 0.000196	249.746460 ± 0.012938	4.873	5.483	12.41	15.95	6.81	5.20
7	ZB6 1100	6.601922 ± 0.000164	5.977934 ± 0.000194	260.550446 ± 0.012465	4.671	4.065	10.84	13.82	6.86	4.04
8	ZB6 1200	6.602858 ± 0.000129	5.978854 ± 0.000161	260.664429 ± 0.010038	4.669	3.268	9.41	12.18	6.63	3.47
9	ZB6 1300	6.507914 ± 0.000189	5.892903 ± 0.000213	249.581818 ± 0.013633	4.876	5.921	12.81	16.70	6.86	5.54
10	ZB9 1100	6.602389 ± 0.000172	5.978341 ± 0.000197	260.605804 ± 0.012859	4.670	4.412	11.51	14.47	6.89	4.62
11	ZB9 1200	6.601954 ± 0.000179	5.978406 ± 0.000196	260.573578 ± 0.013139	4.671	4.424	22.43	14.46	6.87	4.49
12	ZB9 1300	6.602115 ± 0.000184	5.978955 ± 0.000220	260.610199 ± 0.014047	4.670	5.568	12.46	16.01	6.78	4.70
13	ZV3 1100	6.603243 ± 0.000175	5.979076 ± 0.000205	260.704559 ± 0.013230	4.668	4.590	11.76	15.31	7.06	3.91
14	ZV3 1200	6.603265 ± 0.000211	5.978524 ± 0.000238	260.682251 ± 0.015702	4.669	6.780	14.25	18.55	7.13	6.08
15	ZV3 1300	6.602815 ± 0.000216	5.977713 ± 0.000258	260.611328 ± 0.016497	4.670	6.530	13.66	17.85	6.99	6.08
16	ZV6 1100	6.603701 ± 0.000198	5.979930 ± 0.000227	260.777985 ± 0.014855	4.667	4.784	12.19	15.48	7.11	4.37
17	ZV6 1200	6.602787 ± 0.000172	5.979158 ± 0.000209	260.672119 ± 0.013221	4.669	5.352	12.09	15.51	6.70	4.99
18	ZV6 1300	6.603581 ± 0.000191	5.979323 ± 0.000222	260.742004 ± 0.014413	4.668	6.708	13.99	18.32	7.07	6.03
19	ZV9 1100	6.601610 ± 0.000172	5.979034 ± 0.000215	260.530273 ± 0.013407	4.671	5.676	12.41	16.08	6.75	4.45
20	ZV9 1200	6.603247 ± 0.000195	5.978947 ± 0.000226	260.699280 ± 0.014674	4.668	5.683	13.41	17.39	7.29	7.27
21	ZV9 1300	6.603045 ± 0.000239	5.979412 ± 0.000278	260.703613 ± 0.018016	4.668	6.424	14.25	18.56	7.32	7.29
22	ZBi3 1100	6.602238 ± 0.000191	5.978676 ± 0.000221	260.607788 ± 0.014377	4.670	5.004	12.10	15.45	6.91	4.42
23	ZBi3 1200	6.602225 ± 0.000164	5.978411 ± 0.000195	260.595245 ± 0.012493	4.670	4.086	10.90	13.91	6.88	4.78
24	ZBi3 1300	ZrSiO ₄ 6.603037 ± 0.000277	5.979412 ± 0.000295	260.702942 ± 0.020116	4.668	5.037	11.81	15.11	6.73	4.54

		ZrO ₂								
		3.660126 ± 0.014899	4.988660 ± 0.037738	66.830719 ± 0.635291	37.838					3.26
25	ZBi6 1100	6.602258 ± 0.000174	5.979002 ± 0.000202	260.623596 ± 0.013136	4.670	4.234	11.28	14.46	7.03	5.50
26	ZBi6 1200	6.602677 ± 0.000191	5.979052 ± 0.000230	260.658844 ± 0.014631	4.669	5.737	12.57	16.06	6.70	5.35
27	ZBi6 1300	ZrSiO ₄				4.034	10.35	12.93	6.81	
		6.602687 ± 0.000187	5.979372 ± 0.000216	260.673553 ± 0.014037	4.669					3.44
		ZrO ₂								
		4.335517 ± 0.006244	4.118222 ± 0.005681	77.409004 ± 0.190416	32.667					3.64
28	ZBi9 1100	6.602568 ± 0.000142	5.979257 ± 0.000186	260.659119 ± 0.011355	4.669	3.758	10.49	13.46	6.94	4.25
29	ZBi9 1200	6.602432 ± 0.000196	5.978466 ± 0.000241	260.613953 ± 0.015194	4.670	5.898	13.16	16.93	6.97	6.47
30	ZBi9 1300	ZrSiO ₄				4.429	11.36	14.58	6.93	
		6.600868 ± 0.000246	5.977705 ± 0.000270	260.457306 ± 0.018066	4.673					4.96
		ZrO ₂								
		3.604767 ± 0.001946	5.208797 ± 0.005223	67.684906 ± 0.085295	37.360					5.69

BIOGRAFI PENULIS



Gabriela Elsandika, lahir di Blitar pada tanggal 30 Januari 1993 dari pasangan Bapak Samuji dan Ibu Lilik. Terlahir sebagai anak pertama dari tiga bersaudara, penulis memulai pendidikan Di SDK St.Maria Blitar. Penulis melanjutkan pendidikan yang lebih tinggi di SMPN 1 Wlingi kemudian di SMAN 1 Blitar. Gelar sarjana diperolehnya tahun 2015 di Universitas Negeri Malang dengan program studi fisika. Selama duduk di bangku S1, penulis pernah melaksanakan Praktik Kerja Lapangan di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM) - Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN). Di sana penulis menyelesaikan riset tentang Sintesis dan Karakterisasi Stronsium-Heksaferit dengan Metode Kopresipitasi. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan magister di Institut Teknologi Sepuluh Nopember angkatan 2016. Penulis mendalami riset pada bidang fisika material. Penulis pernah berpartisipasi dalam *Padjadjaran International Physics Symposium* (PIPS) di Universitas Padjadjaran Bandung pada tahun 2015. Artikel dengan judul *Preparation and Characterization of Superhydrophobic Phyropillite Nanosilica Coating on Glass* telah dipublikasikan di *AIP Conference Proceeding* dengan doi: 10.1063/1.4941899. Di tahun yang sama penulis berpartisipasi sebagai penyaji di Pekan Ilmiah Mahasiswa Nasional (PIMNAS) ke-28 di Universitas Haluoleo Kendari, Sulawesi Tenggara. Karya yang dibawakannya berjudul Sintesis Lapisan Superhidrofobis Berbahan Dasar Batuan ALam Lokal Malang Selatan untuk menciptakan Pakaian Anti Kotor. Pada tahun 2017 penulis melanjutkan karyanya kembali dengan judul *Synthesis of $ZrSiO_4$ Powders by A Sol-Gel Method with Varied Calcination Temperatures*. Artikel ini dipublikasikan di *The 2nd International Symposium on Current Progress in Functional Materials* yang diselenggarakan oleh Universitas Indonesia. Akhir kata, bila pembaca hendak berkomunikasi atau memberikan kritik dan saran pada penulis dapat dilakukan memanfaatkan alamat surel g.elsandika@gmail.com.